

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-171716

(43) 公開日 平成8年(1996)7月2日

(51) IntCl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B 5/66				
5/85		Z 7303-5D		
H 0 1 F 10/14				

審査請求 未請求 請求項の数23 O L 外国語出願 (全105頁)

(21) 出願番号 特願平7-231897

(22) 出願日 平成7年(1995)8月7日

(31) 優先権主張番号 08/286653

(32) 優先日 1994年8月5日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 591037649

コマック・インコーポレイテッド

KOMAG, INCORPORATED

アメリカ合衆国カリフォルニア州95035・

ミルピタス・サウスヒルビュウドライブ

275

(72) 発明者 ツー チェン

アメリカ合衆国 カリフォルニア州

95030 モンテ セレノ グレゴリー プ

レイス 18225

(74) 代理人 弁理士 中村 稔 (外7名)

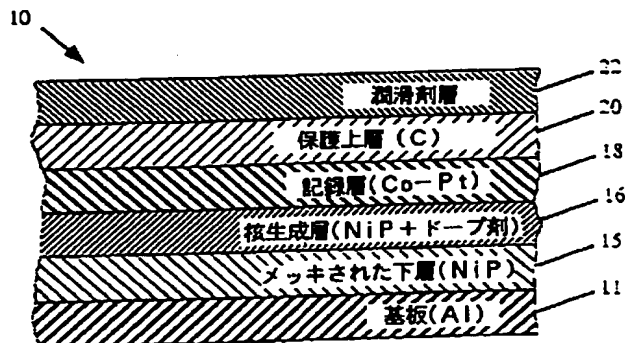
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁性合金及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高い保磁力及び大きなヒステリシス方形度を有すると共に優れた磁気記録パラメータを与えるよう最適化された磁気記録媒体及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明の媒体は、固体分離剤によって5ないし50Åの距離だけ均一に離間された直径300Å以下の個々の磁性粒子より成る。この媒体は、通常、各々少なくとも0.8の保磁力方形度及び残留保磁力方形度と、0.2未満のスイッチングフィールド分布と、少なくとも1500エルステッドの保磁力とを示す（最小の所要Pt含有量で）一方、最適な磁気性能として最低の媒体ジッタノイズを同時に与えるものである。媒体は、粒子の成長を制御するためにドーブされた核生成層の上に、水の低い分圧において最適な量の作用ガスが存在する中で付着される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 磁気記録媒体において、

非磁性基板と、

上記非磁性基板上に直接的又は間接的に形成された核生成層であって、NiとPの化合物と、Al、Hf、Si、Ta、Ti及びZrの酸化物及び窒化物より成る群から選択された少なくとも1つのドーパ剤とを含む核生成層と、

上記核生成層上に形成された記録層であって、CoPt系合金と、結合強度が90Kcal/molより大きな酸化物及び窒化物より成る群から選択された少なくとも1つの分離剤化合物とを含み、上記CoPt系合金は均一サイズの単結晶磁性粒子を主として形成し、上記単結晶磁性粒子は粒子境界を有し、更に、上記分離剤化合物は、少なくとも上記粒子境界に主として配置されるような記録層とを具備し、

上記記録層は、更に、窒素及び酸素より成る群から選択された低可溶性元素を含み、この低可溶性元素は上記磁性粒子の境界に主として配置され、そして上記磁気記録媒体は、少なくとも1500エルステッドの保磁力と、各々少なくとも0.8の保磁力方形度及び残留保磁力方形度と、0.2未満のスイッチングフィールド分布を示すことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 上記単結晶磁性粒子は、平均直径が500Å以下である請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 上記単結晶磁性粒子は、5Åの最小距離及び50Åの最大距離だけ離間され、粒子の間隔は標準偏差が±10Åである請求項2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 上記単結晶磁性粒子は、平均距離20Å±10Åだけ離間される請求項2に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 厚みが少なくとも10Åの絶縁材料の層が、隣接する単結晶磁性粒子の対間に配置される請求項4に記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 上記記録層の白金含有量は14原子%以下でありそして記録層のMrtは2.5memu/cm<sup>2</sup>である請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 上記記録層の白金含有量は18原子%以下でありそして記録層のMrtは1.0memu/cm<sup>2</sup>である請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項8】 上記単結晶磁性粒子の平均直径は100Å未満である請求項7に記載の磁気記録媒体。

【請求項9】 上記核生成層のドーパ剤含有量は10%未満である請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項10】 上記核生成層のNi及びPの化合物は、10%未満の量の窒素を含む請求項9に記載の磁気記録媒体。

【請求項11】 上記核生成層のNi及びPの化合物は、10%未満の量の酸素を含む請求項9に記載の磁気記録媒体。

【請求項12】 上記媒体は、単一の磁気記録層のみを含む請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項13】 上記分離剤化合物は、結合強度が90Kcal/molより大きいAs、Co、Cr、Dy、Gd、La、Lu、Ni、Os、Pm、Ru、Re、Sc、Se、Si、Sm、Sn、Ta、Tb、Th、Ti、Tm、U、V、W、Y及びZrの酸化物及び窒化物より成る群から選択される請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項14】 基板に核生成層材料をスパッタ付着するのに使用する形式の真空蒸着ターゲットにおいて、Ni及びPの化合物と、Al、Hf、Si、Ta、Ti及びZrの酸化物及び窒化物より成る群から選択された少なくとも1つのドーパ剤と、不可避な不純物との混合物で構成された真空蒸着ターゲット。

【請求項15】 請求項14に記載の真空蒸着ターゲットを含む形式の真空蒸着装置において、更に、磁気記録層材料のスパッタ付着に使用される真空蒸着ターゲットであって、CoPt系合金と、結合強度が90Kcal/molより大きい酸化物及び窒化物より成る群から選択された少なくとも1つの分離剤化合物と、不可避な不純物とで構成された真空蒸着ターゲットを備えたことを特徴とする真空蒸着装置。

【請求項16】 上記分離剤化合物は、結合強度が90Kcal/molより大きいAs、Co、Cr、Dy、Gd、La、Lu、Ni、Os、Pm、Ru、Re、Sc、Se、Si、Sm、Sn、Ta、Tb、Th、Ti、Tm、U、V、W、Y及びZrの酸化物及び窒化物より成る群から選択される請求項15に記載の真空蒸着装置。

【請求項17】 データを磁氣的に記憶する磁気記録媒体において、

非磁性基板と、

上記基板上に直接形成された無電解メッキされたNiP層であって、厚みが5ないし15μmであり、そして選択された織目が付与されたNiP層と、

上記無電解メッキされたNiP層上に直接形成されたスパッタされたアモルファス核生成層であって、厚みが5ないし100nmであり、Ni、Pと、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>及びTiO<sub>2</sub>より成る群から選択された10重量%未満の少なくとも1つのドーパ剤との混合物より成り、更に、50Å未満の平均距離だけ分離された平均直径50ないし500Åの粒子で構成された核生成層と、

上記核生成層に直接形成されたスパッタされた磁気記録層であって、Coと、Ptと、B、Cr、Ni、Ta及びTiより成る群から選択された少なくとも1つの元素との合金を含み、更に、上記核生成層の粒子のサイズ及び間隔によって決定されたサイズ及び間隔をもつ粒子で構成され、この記録層の粒子は平均直径が50ないし500Åであって50Å未満の平均距離で分離されてお

り、各粒子は境界を有しそしてその境界において50Å未満の厚みの絶縁材料で実質的に取り巻かれており、該絶縁材料は、CoO及びSiO<sub>2</sub>より成る群から選択され、そしてCo、B、Cr、Ni、Ta及びTiより成る群から選択された少なくとも1つの元素が記録層に存在する場合にはその窒化物を更に含んでいる磁気記録層と、

上記記録層に直接形成され、厚みが300Å未満であり、水素添加された炭素及びZrO<sub>2</sub>より成る群から選択された材料で構成されたスパッタされた保護オーバーコート層とを備えたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項18】 少なくとも1500エルステッドの保磁力と、各々少なくとも0.8の保磁力方形度及び残留保磁力方形度と、0.2未満のスイッチングフィールド分布を示す形式の磁気記録媒体の製造方法において、H<sub>2</sub>Oの分圧が5.0×10<sup>-6</sup>Torr未満で且つ不活性ガス圧力が2.0×10<sup>-1</sup>Torr未満である真空蒸着システムを用意し、

上記真空蒸着システムに少なくとも0.5体積%の量の作用ガスを導入し、

上記真空蒸着システムに非磁性基板を導入し、Ni及びPの化合物と、Al、Hf、Si、Ta、Ti及びZrの酸化物及び窒化物より成る群から選択された少なくとも1つのドーパ剤とを含む核生成層を上記非磁性基板に直接的又は間接的に付着し、そして上記核生成層上に記録層を付着し、この記録層は上記核生成層上に形成され、そしてCoPt系合金と、結合強度が90Kcal/molより大きな酸化物及び窒化物より成る群から選択された少なくとも1つの分離剤化合物とを含み、上記CoPt系合金は均一サイズの単結晶磁性粒子を主として形成し、上記単結晶磁性粒子は粒子境界を有し、更に、上記分離剤化合物は少なくとも上記粒子境界に主として配置され、

上記作用ガスの元素は、真空蒸着システムから主として上記磁性粒子の境界において記録層へ導入されることを特徴とする方法。

【請求項19】 上記作用ガスは、O、N、CO、CO<sub>2</sub>、NO、N<sub>2</sub>Oより成る群から選択されたガスである請求項18に記載の方法。

【請求項20】 選択された量のH<sub>2</sub>Oを真空蒸着システムに導入し、このH<sub>2</sub>Oは部分的に分解して酸素元素の源として働き、そして更に、上記記録層は磁性粒子の境界に上記酸素元素を組み込むように形成される請求項18に記載の方法。

【請求項21】 上記核生成層及び上記記録層の真空蒸着は、スパッタリングターゲットからのスパッタリングより成り、上記記録層がスパッタリングされる上記スパッタリングターゲットには分離剤が添加され、そして更に、上記記録層がスパッタリングされる上記スパッタリングターゲットは、上記分離剤の添加の前の酸素含有量

が2000ppm未満である請求項18に記載の方法。

【請求項22】 上記分離剤化合物は、結合強度が90Kcal/molより大きいAs、Co、Cr、Dy、Gd、La、Lu、Ni、Os、Pm、Ru、Re、Sc、Se、Si、Sm、Sn、Ta、Tb、Th、Ti、Tm、U、V、W、Y及びZrの酸化物及び窒化物より成る群から選択される請求項18に記載の方法。

【請求項23】 請求項18の方法によって形成された磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、一般に、コンピュータのデータ記憶装置に通常使用されるハードディスクドライブに使用される磁気記録媒体の製造に係る。特に、本発明は、非常に乾燥した（即ち水の分圧の低い）環境において、低いアルゴン圧力のもとで、基板上に、特定の核生成層の上に、選択された分離剤及び作用ガスを添加して、必要な高い方形度を維持すると同時に、スパッタリングプロセスにおいて得られる最小のノイズを維持しながら、磁性合金を真空蒸着する方法に係る。

【0002】

【従来の技術】 磁気ディスクの記録性能は、一般に、3つの基本的な特性、即ちPW50、オーバーライト（OW）及びノイズにより決定される。PW50は、最大値の半分におけるビットのパルス巾を時間又は距離で表したものである。PW50が狭いほど、記録密度を高くすることができ、一方、広いPW50は、ビットが混雑し隣接ビットが互いに干渉することを意味する。この干渉は記号間干渉と称する。著しい記号間干渉は、所与のトラックにおいてビットの線型実装密度を制限し、従って、所与の領域における実装密度を低下し、ひいては、磁気媒体の記録容量を限定する。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 PW50を減少する1つの手段は、媒体の磁気層の厚みを減少することである（媒体は、少なくとも、基板と、磁気層と、上皮層と、おそらくは付加的な層とで構成される）。PW50を減少する別の手段は、ヒステリシスループの方形度（S：保磁力方形度「S\*」及び残留保磁力方形度「S\*<sub>res</sub>」を含む）を増加しそしてスイッチングフィールド分布（SFD）を狭くすることである。これについては、A. I. P. Conf. Proc. Mag. Materials 5のp738（1971年）に掲載されたウィリアム及びコムストック著の「デジタル磁気記録における書き込み処理の分析モデル（An Analytical Model of the Write Process in Digital Magnetic Recording）」に説明されている。PW50を減少する更に別の手段は、媒体の保磁力（Hc）を増加することである。

【0004】 オーバーライト（OW）は、既存のデータ

のオーバーライトを受け入れることのできる媒体の能力の尺度である。即ち、OWは、媒体上の第1信号の上に第2信号(例えば、異なる周波数の)が書き込まれた後に第1信号がどれだけ残っているかの尺度である。OWは、著しい量の第1信号が残っているときは低く即ち悪い。OWは、一般に、媒体の保磁力、方形度、及びSFDにより影響される。将来の高密度記録に対しては、Hcの高い媒体が好ましい。しかしながら、Hcの利得は、一般に、OWのロスを伴う。従って、この技術においては、S\*及びSFDを改善してOWの改善を得ることが必要である。

【0005】磁気フィルムのノイズ性能は、通常は、読み取りジッタ及び書き込みジッタについて定められる。読み取りジッタは、主として、ビットから得られる信号の量及びチャンネルにおける電子ノイズによって決定される。一般に、厚い磁気フィルムほど、読み取りジッタは小さい。読み取りジッタとは異なり、書き込みジッタは、フィルムの固有ノイズによって決定される。固有の媒体ノイズは、参考としてここに取り上げるJ. Appl. Phys. 第63巻、第8号、p3248(1988年)に掲載されたズー氏等の「薄い金属性フィルムのマイクロマグネチック研究(Micromagnetic Studies of Thin Metallic Films)」において理論的にモデリングされている。又、チェン氏等は、これも参考としてここに取り上げるIEEE Trans. Mag.、第24巻、第6号、p2700(1988年)に掲載された「薄膜長手方向記録媒体の性能範囲の物理的な原点(Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media)」において固有媒体ノイズのソースを説明している。薄膜媒体における固有ノイズの主たるソースは、粒子間の交換相互作用によるものである。一般に、粒子間の交換が大きいと、磁性粒子の共働スイッチングによりS\*は高くそしてSFDは低くなる。しかしながら、大きな交換相互作用は、高いノイズを生じることになる。

【0006】粒子間の交換相互作用によるノイズは、個々の粒子(粒)を分離することによって減少できる。これは、前記のチェン氏等の「薄膜長手方向記録媒体の性能範囲の物理的な原点」に説明されたように、粒子を互いに物理的に離間することによって達成される。分離の量は、粒子間の交換相互作用を著しく減少するのに数オングストロームしか必要とされない。

【0007】交換相互作用に比して相当に大きな粒子間距離に対して作用する「静磁学的相互作用」と称する別の粒子間相互作用がある。この静磁学的相互作用を減少すると、固有の媒体ノイズが若干減少される。しかしながら、静磁学的相互作用は、実際には、ヒステリシスループの方形度を改善し且つスイッチングフィールド分布を狭くし(交換相互作用よりは僅かな程度であるが)、ひいては、PW50及びOWを改善するという効

果を奏する。それ故、静磁学的相互作用は、一般に、望ましく、ひいては、許容される。

【0008】磁気媒体から最良の性能を得るためには、上記基準、即ちPW50、オーバーライト及びノイズの各々を最適化しなければならない。これらの性能基準は各々相互に関連しているので、これは厄介な作業である。例えば、Hcを増加することにより狭いPW50を得ることは、オーバーライトに悪影響を及ぼす。というのは、Hcを増加すると、オーバーライトの質が低下するからである。残留磁化・厚みの積( $Mrt$ : Mrは残留磁化そしてtは磁性層の厚み)が小さい薄い媒体は、狭いPW50及び良好なOWを生じるが、媒体信号が減少されるので読み取りジッタは増加する。ヒステリシスループの方形度を増加すると、狭いPW50及び良好なOWに寄与するが、粒子間交換結合及び静磁学的相互作用によりノイズが増加する。粒子間交換結合を減少又は排除することが既知の目標であるから、PW50が狭くされそしてOWが改善される量は、これまで、媒体の静磁学的相互作用により生じる許容ノイズレベルの増加により限定されている。

【0009】それ故、高密度記録の用途に最適な薄膜磁気記録媒体、即ち高いビット密度を維持することのできる磁気記録媒体は、ノイズが少なく、しかも、PW50及びOWを甚だしく犠牲にしないことを必要とする。従って、ビットジッタが減少されるので記録密度を増加することができる。上記性能基準の幾つかを最適化することのできる磁気媒体の1つの形式は、高いHc及び大きな磁気モーメントを与えることのできる合金の能力から、コバルト(Co)及び白金(Pt)の合金に基づくものである。

【0010】CoPt系合金の媒体ノイズは、多数の異なる解決策によって減少できるが、以下の文献に述べられたように、これらの方法は、ヒステリシスループの方形度のロス(即ち、低いS\*及び高いSFD)、PW50の増加、OWの低下、及びその他の欠点によって悩まされている。1つのこのような解決策は、チェン氏等の上記「薄膜長手方向記録媒体の性能範囲の物理的な原点」に説明されているように、高いアルゴン圧力の環境においてスパッタリングすることにより磁性合金を付着することを教示している。基本的に、高いアルゴン圧力を付与すると、分離された交換結合粒子が生じる。媒体ノイズは減少されるが、S\*及びOWが低下し、そしてSFDが増加して、PW50の増加を生じる。

【0011】別の解決策においては、媒体ノイズを減少するために、5ないし30原子%の濃度で酸素を磁気フィルムに導入することが知られている。これは、ホワード氏等の米国特許第5,066,552号に教示されている(成長後の磁性粒子の酸化について教示したホワード氏等の米国特許第5,062,938号も参照された)。ホワード氏等は、酸素が導入されたアルゴン雰囲気

真空中で真空スパッタリングすることにより磁性層を形成することを教示している。それ故、酸素はスパッタリング環境から磁性層へ導入される。しかしながら、上記特許においてホワード氏等により指摘されたように、酸素を導入すると、 $H_c$ 及び $S^*$ の両方が減少する。

【0012】ホワード氏等により教示された解決策(米国特許第5,062,938号)には多数の欠点がある。第1に、不純物を付着した後にスパッタ層を酸化する付加的な段階は、製造上の複雑さ及びコストを付加する。第2に、ホワード氏等は、酸化物の生成の制御につ  
10 いては何も教示していない。第3に、ホワード氏等は、粒子サイズ及び粒子の均一性の制御についても何も教示していない。

【0013】更に別の解決策は、 $SiO_2$ を含む磁性合金の粒子を有する粒状フィルムを形成することである。これらのフィルムの詳細は、J. Appl. Phys. 61(B)、p3311(1987年)に掲載されたC. L. チエン氏等の「磁性粒状 $Fe-SiO_2$  固体(Magnetic Granular  $Fe-SiO_2$  Solids)」及びAppl. Phys. Lett. 52(8)、p512(1988  
20 年)に掲載されたH. S. リオ氏等の「粒状金属フィルム、記録媒体(Granular Metal Films a recording Media)」に説明されている。本質的に、これらの研究者は、共スパッタリングによるか又は複合ターゲットを用いることにより $Fe-SiO_2$ を付着し、そして磁気フィルムはその下の層をもたずに付着されている。 $H_c$ の値はほぼ1100エルステッドそして方形度の値はほぼ0.6が得られている。これらの値は、高密度記録の用途では、受け入れられないほど低いものである。

【0014】同様に、IEEE Trans. Mag. 第28巻、第5号、ページ3102(1992年)に掲載された「CoPtCr 複合磁性薄膜(CoPtCr Composite Magnetic Thin Films)」及びその関連特許出願: 1993年3月10日付のヨーロッパ特許出願0 531 035 A1及び1993年3月23日付の日本国特許出願5-73880に開示されたように、シミズ氏等により $SiO_2$ の添加が利用されている。特に、低い媒体ノイズ及び高い平面内保磁力が、約10体積%の $SiO_2$ の導入と共に注目されている。これらのフィルムの $S^*$ は、シミズ氏等の上記文献に述べられたように、一般に約0.6である。従って、 $SiO_2$ を含む媒体は、低い媒体ノイズと高い $H_c$ を示すが、得られる方形度は、高密度記録の要求を満たすにはこの場合も低過ぎる。又、シミズ氏等は、合金に約17ないし18原子%のPtを必要としていることに注意されたい。このように高い割合のPtは、かかる媒体の製造コストを著しく高める(が、磁気抵抗ヘッドに使用するように設計された媒体、例えば、 $Mrt$ が約 $1.0 \text{ memu/cm}^2$ の媒体の場合には、 $H_c$ を維持するために18%といった高い白金含有量が必要とされる)。更に、シミズ氏等  
50

は、将来の高密度記録用途に対して受け入れられない限界である1700エルステッドのピーク $H_c$ を得ている。

【0015】1993年8月6日付の日本国特許出願5-197944(ムラヤマ氏等)に開示された別の解決策は、NiP下層の上に例えば0.1ないし10%の広範囲のN<sub>2</sub>の存在中でスパッタリングを行う間に高い $H_c$ のために $SiO_2$ を使用するものである。低い媒体ノイズは得られるが、 $SiO_2$ の割合を増加したときには $S^*$ が低下することになる。従って、低い媒体ノイズは、PW50及びOWの増加を犠牲にして得られる。 $SiO_2$ に関する別の教示が、クドー氏の米国特許第4,837,094号(アモルファス合金を教示する)及びタダ氏等の米国特許第4,769,282号(希土類元素を含む合金を教示する)に見られる。重要なことは、 $SiO_2$ に関する全ての参考文献は、共付着が生じるが $SiO_2$ と磁気フィルム材料の最小限の合金化しか生じない状態のもとで $SiO_2$ と磁気フィルム成分を付着するのではなく $SiO_2$ と磁気フィルム成分を合金化又は混合することを教示している。

【0016】例えば、シミズ氏等により教示されたような不純物の合金化又は混合には多数の欠点がある。先ず、不純物材料を添加すると(例えば、シミズ氏等によれば、30体積%までの $SiO_2$ )、 $M_s$ が低下し、ひいては、 $M_r$ が低下する。それ故、充分な $Mrt$ を維持するように磁性層の厚みを増加しなければならない。これは望ましくないことである。というのは、一般に、フィルム厚みの増加に伴って、ヘッドと媒体との間のスペースロスが増加し、PW50が大きくなると共にOWが悪化するからである。第2に、付加的な材料をスパッタリングする必要性によりスパッタリングプロセスが更に複雑に且つコストのかかるものになる。第3に、合金化又は混合された不純物は、粒子の分離を増加して交換結合誘起ノイズを減少することに何の役目も果たさない。

【0017】マードック氏等は、IEEE Trans. Mag. 第26巻、p2700-2705(1990年)に掲載された「多層Co合金磁気記録媒体のノイズ特性(Noise Properties of Multilayered Co-Alloy Magnetic Recording Media)」において、媒体ノイズを減少するために非磁性材料の層により互いに分離された磁性材料の多数の層を付着することを教示している。粒子サイズ及び分布は、下層の上で数個の粒子の厚みで相対的に制御できることが理論付けられている。フィルムが厚く成長したときには、粒子のサイズ及び位置が変化する傾向となる。従って、マードック氏等は、下層を付着し、その上に数個の粒子の厚みで薄い磁性層を形成し、この磁性層の上に別の下層を形成し、該下層の上に別の薄い磁性層を形成し、等々により粒子サイズ及び間隔を制御することを教示している。小さな分離された粒子により媒体ノイズは低下されるが、個々の層の $H_c$ の整合

が困難であるために、SFDは増加しそして方形度は減少する。

【0018】更に、薄い磁性層の粒子サイズは、磁性粒子が超常磁性になってHcの急激な低下を生じるほど大きく減少される。このような多層フィルムの製造も、非常に困難であると共に、現在の所要装置に加えて付加的なプロセスチャンバを必要とする。更に、薄い磁性層の酸化を最小にするように製造プロセスを設計するために特殊な注意が必要となる。従って、多層の解決策は、媒体ノイズを減少する方法を教示するものであるが、方形度が低下すると共に、プロセスが困難で且つ高価なものとなる。

【0019】現在、高い方形度と低い媒体ノイズとを同時に得る能力には限度があることが認識されている。これは、等方性媒体について特に言えることである。この問題により、高い記録密度のための長手方向記録媒体に対し、磁気性能パラメータの値、製造の容易さ及びコスト、等について妥協をすることになる。例えば、IEEE Trans. Mag. 第26巻、ページ2271 (1990年)に掲載されたヨギ氏等の「1Gb/in<sup>2</sup>面積密度の長手方向媒体(Longitudinal Media for 1Gb/in<sup>2</sup> Areal density)」を参照されたい。それ故、現在、この技術では、高い保磁力、高い方形度(高いS\*及び低いSFD)、高いSNR、高いオーバーライト及び低いPW50といった他の媒体性能特性を妥協することなく、媒体ノイズを減少する方法が要望されている。これは、記録密度が10Gb/in<sup>2</sup>(又はそれ以上)に近いような高密度の用途に対して極めて重要になってきている。

#### 【0020】

【課題を解決するための手段】本発明は、高い保磁力及び大きなヒステリシス方形度を有しそして高密度用途におけるPW50、固有媒体ノイズ、ビットシフト及びOWといった優れた磁気記録パラメータをもつように最適化された磁気記録媒体及びその製造方法を提供することにより公知の問題及び要望を解決する。このような媒体の製造方法は、このような最適な媒体を生み出す真空蒸着動作条件及び段階の1つの系統を構成する。

【0021】粒子の成長及び構造の制御は、本発明の重要な特徴である。本発明による媒体は、固体分離剤により互いに分離された個々の磁性粒子であって、制御されたサイズ及び間隔を有する磁性粒子で構成される。この媒体は、典型的に、各々少なくとも0.8の保磁力方形度及び残留保磁力方形度と、0.2未満のスイッチングフィールド分布と、少なくとも1500エルステッドの保磁力を示す(最小の所要Pt含有量で)と同時に、最適な磁気性能に対して最低の媒体ジッタノイズを与える。この媒体は、高い平面内非等方性を示す。それ故、この媒体は、磁気抵抗ヘッドに使用するもののような現在及び将来の高記憶密度用途に理想的に適している。

【0022】研究の結果、薄膜磁気記録媒体の基本的な単位は、1つ以上の個々の結晶より成る粒子であることが示された。粒子内の結晶は、高い交換結合を示し、従って粒子の磁気モーメントは完全に互いに整列される。大きなヒステリシス方形度を維持しながら固有の媒体粒子ノイズを最小にするためには、各粒子が主として単結晶で構成され且つ小さなサイズでなければならないと共に、全ての粒子が均一なサイズでなければならないことが分かった。加えて、交換結合を完全に排除しそしてそれに起因する書き込み関連ジッタを減少するためには、粒子が分離物質によって互いに均一に離間されねばならないことも分かった。

【0023】書き込みジッタノイズに対する交換結合の大きな影響及び静磁気学的相互作用の小さな影響に加えて、粒子サイズに関連した第3の影響が認められる。粒子サイズによるノイズの影響(ここでは「粒子ノイズ」と称する)は、粒子境界に沿って遷移境界が形成される結果である。従って、大きな粒子又は非分離粒子の塊は、小さな粒子よりも更にぎざぎざの付いた即ちジグザグの粒子境界線を形成し、従って、更にぎざぎざの付いた即ちジグザグの遷移境界を形成する。遷移境界のぎざぎざが、粒子ノイズを生じる。将来の高い記録密度に対しては、ビットサイズが減少するにつれて、書き込みジッタノイズに対する粒子サイズの影響が非常に重要な役割を演じることになる。従って、均一な小さな粒子サイズを与える能力は、本発明の重要な特徴である。

【0024】更に、研究の結果、記録層の下に適切な核生成層を使用することは、高い保磁力方形度及び低いノイズに必要な均一な粒子サイズ及び間隔を得るのに重要であることが示された。この核生成層の機能は、個々の磁性粒子が付着する核生成場所を与えることである。粒子サイズ及び間隔は、初期の成長条件によって大きく左右される。磁性粒子は核生成場所に形成されるので、各々の核生成場所のサイズと、隣接する核生成場所間の間隔とを制御することにより、サイズ及び間隔の粒子成長特性を制御する構成が与えられる。更に、磁性粒子のサイズ及び間隔の適切な制御は、磁性粒子の境界における分離剤物質(以下に述べる)の分離作用を最適化する方法を与える。

【0025】従って、核生成場所を与えたり与えなかったりする非ドーブの下層と、核生成層とを区別することが重要である。非ドーブの下層は、必ずしも上記の核生成場所を与えるものでなく、その後の磁性粒子成長に対して確実に最適化されるものではない。従って、公知技術により教示された非ドーブのNiPのような材料の層は、下層と称し、一方、本発明により教示されるように、ある酸化物又は窒化物のような選択されたドーブ剤と共に合金化されたNi及びPの化合物のような層は、核生成層と称する。特開平5-73880、及び上記したそのEOP等効物(シミズ氏等)、並びに特開平5-

197944 (ムラヤマ氏等)の各々は、下層の使用を開示しているが、核生成層によって与えられる粒子成長メカニズムの重要性については示唆も認識もしていない。実際に、シミズ氏等は、一般に、いかなる形式の下層も使用せずに磁気媒体を形成することを述べ、そしてムラヤマ氏等は、NiP下層により与えられる限定された利点を克服するために記録層材料にSiO<sub>2</sub>を添加すること焦点を置いている。

【0026】本発明によれば、核生成層は、通常、Ni及びPの化合物であり、これには、例えば、10重量%までのドーブ剤が添加される(共通の又は個別のスパッタターゲットからスパッタリングされる)。核生成層は、通常、アモルファス、結晶又は混合相の構造体である。核生成層の各粒子は、境界によって定められる。ドーブ剤は、通常、Al、Ti、Hf、Zr、Si及びTaの酸化物及び窒化物より成る群から選択される。1つの特定の核生成層は、Ni、Pと2重量%のTiO<sub>2</sub>とで形成される。核生成層についての他の典型的な例は、Ni、Pを2%、3%又は4%のAl、O<sub>2</sub>と共に合金化したものを含む。ドーブ剤を伴うNi及びPの化合物は、核生成層の組成の一例であるが、NiP以外の酸化物又は窒化物ドーブされた元素又は化合物も所望の結果を与えられと考える。

【0027】又、最適な磁気パラメータをもつ媒体を得るために重要な幾つかの付着条件も発見した。例えば、付着システムにおいてH<sub>2</sub>Oの分圧を低く維持すると、粒子の集群化を著しく減少することが分かった。システムにおけるH<sub>2</sub>Oの存在は、粒子の酸化を生じると思われる。この酸化は、互いに集群化した多数の結晶で構成された粒子を生じる。これらの集群は、磁化の反転中に非均一なスイッチングを示し、悪い方形度及び大きな固有粒子ノイズを生じる。重要なことに、H<sub>2</sub>Oの低い分圧は、スパッタリングプロセス中維持されねばならず、ここでは、定常分圧と称する。残留ガス分析(RGA)によって監視して、 $5 \times 10^{-4}$  Torr未満のそして好ましくは $1.2 \times 10^{-4}$  Torr未満のH<sub>2</sub>O分圧が、付着中に好ましいことが分かった。この場合も、シミズ氏等、ホワード氏及びムラヤマ氏等の各公知技術は、H<sub>2</sub>O分圧の制御の重要性を認識していない。

【0028】更に、比較的低いアルゴンスパッタリング圧力で磁気フィルムを付着すると、主に単結晶粒子が形成されることも分かった。例えば、RF又はRF/DCスパッタリングシステムにおいてスパッタリング圧力を20mTorr以下にすると、磁性結晶の集群化が著しく減少されると共に、粒子サイズの均一性及び分布が改善される。

【0029】又、乾燥した雰囲気及び高い真空状態は、集群化が最小である均一な粒子構造を与えるが、これらの状態は、一般に、磁性合金の初期の成長メカニズムを変化させ、平面から外れたc軸(磁化容易軸)にとって

有利な更に円柱状の成長構造を生じること発見した。このような媒体は、長手方向記録にはあまり適していない。本発明によれば、一例としてN<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、NO、N、O、CO及びCO<sub>2</sub>を含む「作用ガス」と称する既知の量のガスが、乾燥した雰囲気及び高い真空において、媒体のスパッタリング中に導入され、優勢な平面内非等方性を生じる初期成長状態を確保すると同時に、大きな角度の粒子境界をもつ互いに個別の結晶粒子成長を容易にする。加えて、磁気媒体の方形度S\*は、付着中にスパッタリングシステムに適量の作用ガスを添加することにより、0.8以上に更に改善される。スパッタリング環境に添加される作用ガスの正確な割合は、最終的に、使用する作用ガスの形式、磁性合金(及びターゲットの純度)、下層の組成及び真空条件によって左右される。

【0030】加えて、磁気記録媒体は、As、B、C、e、Co、Cr、Dy、Gd、Ho、La、Lu、Ni、Os、Pm、Ru、Re、Sc、Se、Si、Sm、Sn、Ta、Tb、Th、Ti、Tm、U、V、W、Y又はZrの酸化物又は窒化物のような非磁性分離剤が磁性材料と一緒に付着されるような付着技術により製造される。後に付着処理を伴わない単一付着段階では、分離剤を粒子境界に均一に拡散して粒子間に十分な分離を与え、磁化及び保磁力のような固有の磁気特性に悪影響を及ぼさないようにしなければならない。これを行うために、分離剤は磁性合金に溶解せず且つ熱力学的に安定である。これら非可溶性化合物の安定性は、それらの結合強度に基づいて決定され、この強度は、少なくとも90Kcal/mol以上でなければならない。

【0031】付着された媒体における分離剤物質の濃度は、粒子境界において各個々の磁性粒子を完全に分離する(これにより、粒子間交換結合による媒体ノイズを最小にする)に充分でなければならないが、磁気フィルムに組み込むことのできる分離剤物質の量には上限がある。この上限は、保磁力の減少、飽和磁化の減少及び/又は分離剤物質の添加により生じる方形度の関数である。通常、目標保磁力及び/又は方形度が識別され、その保磁力及び/又は方形度が目標値以上に維持されるように分離剤物質の量が選択される。通常、添加される分離剤物質の量は、ほぼ10モル%以下である。しかしながら、重要なことに、分離剤物質が粒子境界に対し各磁性粒子を分離するためには、磁性粒子及び結晶を集群化させる上記のメカニズムを抑制しなければならないと共に、大きな粒子境界を設けて分離を容易にしなければならない。

【0032】本発明によって乾燥したスパッタリング環境に分離剤及び作用ガスを導入する効果は、磁性層の下に上記の核生成層を使用することにより著しく向上される。乾燥したスパッタリング環境及び低いアルゴン圧力において粒子境界で分離剤が効果的に分離を行うようにするためには、付着した磁気フィルムに、粒子成長の初

期段階で、大きな粒子境界を設けねばならないことが分かった。適切な核生成層を選択すると、必要な大きな粒子境界が与えられると同時に、粒子サイズ及び粒子間隔に対する制御が与えられる。それ故、適切な核生成層における磁気記録層の成長は、(a) 粒子境界における分離剤の挿入を容易にし、(b) 粒子サイズを制御し、そして(c) 磁気記録層における粒子間隔を制御する。

【0033】更に、窒素、酸素、CO、CO<sub>2</sub>等の選択された作用ガスを制御された量だけ導入すると、平面内非等方性が与えられるのに加えて、粒子成長の初期段階において改善された粒子分離が与えられることが分かった。従って、このような作用ガスの存在は、粒子境界における分離剤物質の導入を容易にする。

【0034】磁性層及びスパッタリング状態において生じる付加的な物質、例えば、安定な非可溶性化合物は、磁性層の飽和磁化M<sub>s</sub>及び残留磁気M<sub>r</sub>に最小の影響しか与えない。大きな残留方形度が達成され、ひいては、磁性層の全厚みへの影響は最小となる。重要なことに、交換結合で誘起されるノイズは、分離剤の導入及び本発明の他の段階によって完全に抑制することができる。同時に、例えば1500エルステッド以上の高い保磁力と、例えば各々0.8以上の大きな保磁力方形度及び残留保磁力方形度が得られる。

【0035】従って、乾燥したスパッタリング環境において低いスパッタリング圧力で且つ作用ガスの存在中で、ドーブされた核生成層上に、分離剤物質を含む磁気記録層をスパッタリングすることにより、将来の高密度記録の用途に最も適した大巾に改良された媒体が提供される。それにより得られる磁気層は、粒子境界において分離剤物質により互いに均一に離間された小さく且つ均一なサイズの主として単結晶の粒子を示す。本発明の方法は、得られる媒体の記録性能特性について制御を行うと共に、既存のスパッタリングプロセスに対して付加的な複雑さもコストもほとんど追加するものではない。

【0036】

【発明の実施の形態】図1は、本発明により構成された典型的な堅固な薄膜磁気ディスク10の断面図(等寸ではない)である。完全なディスク10について一般的に説明した後、その幾つかの層及びそれを付着する方法及び条件について詳細に説明する。最後に、本発明の種々の重要な特徴を強調するために多数の例を詳細に説明する。

【0037】ディスク10は、アルミニウム合金の基板11を備え、その上に、通常はNiPのメッキ層15が、無電解メッキ又は公知の他の方法により形成される。層15は、通常、厚みが5ないし15μmの範囲である。NiPのメッキ層15は、比較的柔軟なアルミニウム基板11上に強力な機械的支持体を形成するものである。層15が基板11上にメッキされた後に、ディスクは、研磨され、織り目が入れられそして清掃される。

ここに示す実施形態は、アルミニウム基板を使用するが、ガラス、Memcor(コーニング社専売のガラスセラミック材料の商標である)、炭素系材料、シリコン、チタン、ステンレススチール、等の他の基板材料をベースとする媒体も、本発明の意図するものに等しく入る。

【0038】次いで、層15の上に、以下で詳細に述べる核生成層16が付着される。核生成層16を付着する好ましい方法は、スパッタリングであるが、他の付着方法でも、この層を形成する所望の目標を達成できる。典型的に、スパッタリングされた核生成層16は、厚みが5ないし100nmの範囲である。

【0039】次いで、核生成層16の上には、以下で詳細に述べる磁性合金及び非可溶性の「安定」分離剤より成る記録層18が付着される。この場合も、この層を付着するための好ましい方法はスパッタリングであるが、他の技術を用いても、この層を付着するという目標を達成できる。

【0040】更に、この層18の上には、厚みが例えば300Å未満の、例えば、水素添加した炭素、ZrO<sub>2</sub>、SiO<sub>2</sub>等の酸化物、TiN、ZrN等の窒化物、又はTiC、SiC等の炭化物の公知形式の保護上層20と、例えば、固体又は液体潤滑剤の公知形式の潤滑剤層22とが付着される。これら保護上層20及び潤滑剤層22の細部については、本発明の範囲外であるから、詳細には説明しない。

【0041】本発明の1つの実施形態において、層16、18及び20は、図2に概略的に示された形式のインライン型スパッタリング装置30においてスパッタリングされる。この装置30はチャンバ32を備え、ここに基板11が入れられる。基板11は、例えば、米国特許第5,244,555号(アレン氏等)に開示されたディスクバレットキャリアに機械的に連結され、このキャリアは、両面スパッタ媒体のための第1、第2及び第3のターゲット対34a、34b、36a、36b、38a及び38bを経て基板11を移動する。ターゲット34a及び34bは、基板11に核生成層16をスパッタリングするのに使用され、その後、ターゲット36a及び36bは、核生成層16の上に記録層18をスパッタリングするのに使用される。これらターゲット対の各々は、以下に詳細に説明する。その後、ターゲット38a及び38bは、層18上に上層20をスパッタリングするのに使用される。

【0042】又、装置30は、アルゴン、クリプトン等の選択されたガスを各々ターゲット34a及び34b、36a及び36b、38a及び38bの付近に導入するためのガス源40、42及び44を備えている。又、ターゲット34a及び34b、36a及び36b、38a及び38bの付近から各々ガスを除去するためにガス排気ポンプ54、56及び58が設けられている。



【0043】本発明の特定の目標を達成するために、CoPt系磁性合金が、ターゲット36a及び36bからの非可溶性分離剤と共に付着される。1つの実施形態において、CoPtはNiと合金化される。この実施形態において、白金の濃度は約5ないし20原子%であり、ニッケル及び/又はクロムの濃度は約15原子%までであり、そしてコバルトの濃度は約75原子%以上である。別の実施形態では、CoPtNiが約10原子%以下の濃度のTa及び/又はTiと合金化される。Crは、例えば、約3原子%までの濃度で導入される。この形式の記録層を有する媒体は、参考としてここに取り上げる本出願人の米国特許出願08/188,954に詳細に開示されている。

【0044】上記したように、媒体ノイズの主たるソースは、粒子間交換結合である。前記の「薄膜長手方向記録媒体の性能範囲の物理的な原点(Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media)」においてチェン氏等が述べたように、結合ノイズを減少する1つの方法は、記録層の粒子を互いに分離することである。これは、非可溶性の分離剤物質の役目である。As、B、Ce、Co、Cr、Dy、Gd、Ho、La、Lu、Ni、Os、Pm、Ru、Re、Sc、Se、Si、Sm、Sn、Ta、Tb、Th、Ti、Tm、U、V、W、Y又はZrの酸化物及び窒化物のような種々の材料は、粒子の分離に有効である。分離剤物質の選択基準では、分離剤は、第1に、粒子境界に対して分離するように磁性合金中で比較的非可溶性でなければならず、そして第2に、化合物の結合エネルギーにより安定であると決定されねばならず、これは $D^{\circ}_{f,1}$ に対して少なくとも $90\text{ Kcal/mol}$ 以上でなければならない(ハンドブック・オブ・ケミストリー・アンド・フィジックス、第69版、CRCプレス、1988-89年に説明されたように)。CoO及び他の関連分離剤物質の詳細な説明については、前記米国特許出願08/223,636を参照されたい。以下の説明及び関連する図面においては、CoO及びSiO<sub>2</sub>が非可溶性の「安定」な分離剤の例として使用される。しかしながら、多数のこのような非可溶性の「安定」な分離剤の1つ以上が本発明により意図される。

【0045】記録層18を構成する合金は、B、P、C、N、Zr、Hf、V、W、Re及びSiより成る群から選択された他の元素を含んでもよい。記録層の1つ以上の性能パラメータを最適化するようにこれら元素の1つ以上を選択することができそして選択基準の特定は本発明の範囲外である。しかしながら、一般に、高いMsを維持するためには、上記したTa、Ti、Cr及び/又は他の元素の和が全合金の約20原子%を超えてはならない。当業者に明らかなように、種々の成分の厳密な量は、得られる媒体の1つ以上の属性を最適化するよ

うに、前記範囲の上下で調整することができる。更に、CoPt系合金及び分離剤物質は、適宜、単一のスパッタリングターゲット、又は個別のスパッタリングターゲット(同時スパッタされる)から付着されてもよい。

【0046】前記したように、記録層を構成する粒子が均一なサイズであり且つ分離剤物質によって均一に離間されたときに最適な記録性能が得られる。これは図3に示されている。実際に、磁性粒子70の各々は、ほぼ同じサイズの単結晶であり、そして粒子間交換を破壊するために絶縁材料72によって互いに均一に分離されることが非常に重要であると分かった。例えば、 $10\text{ Gb/in}^2$ の将来の高密度記録用途では、最大の許容書き込みジッタが約4ないし10nmに過ぎないことが予想される。このような用途に対する媒体の粒子サイズは、100Å以下の程度であると考えられる。従って、このような媒体に対する性能目標を達成するためには、個々の粒子70は、約5ないし50Åだけ均一に分離されねばならないことが分かった。この場合、間隔の標準偏差は、約10Å、好ましくは $20\text{ Å} \pm 10\text{ Å}$ 以下であり、そして交換相互作用を排除しながらも最高の書き込み密度を支持するために約10Åの厚みの絶縁材料72が粒子間に配置される。このような記録層を有する媒体は、将来の高記録密度用途に必要なと考えられる最高の方形状を示す一方、考えられる最低の媒体ノイズを維持する。

【0047】このような記録層を得るための1つの要件は、特定の核生成層16の上に記録層を形成することであると分かった。核生成層は、この上に形成される磁性粒子のサイズ及び間隔に影響を及ぼすと共に、粒子間に分離剤を容易に均一に分布できるようにし、粒子間交換結合を最小にするか又は防止するに必要な分離を与えて、ノイズを減少すると共に、磁気性能を改善する。これを達成するために、核生成層は、個々の粒子が付着する個別の核生成場所のトポロジーを有していなければならない。

【0048】それ故、核生成層は、基板表面を均一に且つ完全にカバーする(例えば、清掃等による残留作用を排除する)に充分なほど厚くなければならない(例えば、約100Å以上の厚み)一方、核生成場所によって与えられる所望の粒子サイズ、分布及び均一な分離を悪化させるほど厚くしてはならない。磁気ディスクのこのようなマイクロ構造の断面が図4に示されており、個別の核生成場所74より成る核生成層16は、記録層18の基礎を形成し、記録層18は、個々の磁性粒子76及びそれらの間に分散された分散剤物質78より成る。

【0049】核生成層16は、好ましくはアモルファスの非磁性材料でなければならない。核生成層をもつ媒体及びもたない媒体について多数の実験を行い、スパッタリングチャンバに導入される窒素ガスの割合の関数として保磁力を測定した(参考としてここに取り上げる例え

ば本出願人の米国特許出願08/189,088に詳細に示されたように)。

【0050】図5は、これらの実験の幾つかの結果を示している。最初に、核生成層なしでスパッタリングされた4分子%の $\text{SiO}_2$ を有する合金 $\text{CoNi, Ti, Ta, Pt,}$ の記録層18のHcを測定した(以下の説明を通して、添字は、合金の各元素の原子%,例えば、12原子%Ptを表しており、欠落添字は、その合金の残余を示している)。材料は、ターゲット36a及び36b(図2)からアルゴンが約3.0W/cm<sup>2</sup>及び約15mTorrでスパッタリングされたRFダイオードであった。付着された記録層18は約25nmの厚みであった。その結果は、Hcが約1050エルステッドの最大値に達したことを示している。シミズ氏等によって教示されたように、合金の白金含有量及び $\text{SiO}_2$ の混合物を増加することにより保磁力の増加が達成されるが、磁性層の厚みが約500Åのこの媒体(推定されるMrtが約2.25memu/cm<sup>2</sup>)に対して得られた最大保磁力は、1700エルステッドであった(そしてこの結果は、18%Pt及び10体積%の $\text{SiO}_2$ で得られた)。本発明は、非常に少ないPt(それ故コストが甚だしく減少される)及び少ない $\text{SiO}_2$ (それ故高いMsを維持する)で非常に高いHcを達成する。

【0051】又、図5には、第1に2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>でドーブされたNiPの核生成層(ここでは一般にNiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と示す)に、そして第2にNiP-2%TiO<sub>2</sub>の核生成層にスパッタリングされた4分子%の $\text{SiO}_2$ を有する合金 $\text{CoNi, Ti, Ta, Pt,}$ のHc測定値も示されている。核生成層は、厚みが約38nmで、ターゲット34a及び34b(図2)からアルゴンガスが15mTorrでスパッタリングされている。磁性合金に12原子%の白金のみを用いて2000エルステッド以上の保磁力が得られることが明らかである。これは、付加的な白金の追加費用を必要としない製造容易な保磁力の高い媒体を生じる。

【0052】又、図5は、米国特許第4,786,564号(チェン氏等)に教示されそしてその後日本国特許出願5-197944(ムタヤマ氏)にも教示されたように、NiP核生成層上にスパッタリングされた $\text{CoNi, Ti, Ta, Pt,}$ 及び4分子%の $\text{SiO}_2$ の合金(ここでは一般に $\text{CoNi, Ti, Ta, Pt,}-4\%\text{SiO}_2$ で示される)のHc測定値も示している。NiP核生成層は、核生成層なしにスパッタリングされた媒体よりもHcを改善するが、この改善は、酸化物ドーブされたNiP核生成層(NiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>及びNiP-2%TiO<sub>2</sub>)を用いることにより観察されるものよりも相当に低い。以下で詳細に述べるように、図5は、スパッタリングガスにN<sub>2</sub>を添加することによるHcのそれ以上の改善も示している。

【0053】図6は、スパッタリングガス中にN<sub>2</sub>が存

在する状態で、変化する厚みの非ドーブのNiP下層の上にスパッタリングされた2.25memu/cm<sup>2</sup>のMrtの $\text{CoNi, Ti, Ta, Pt,}-4\%\text{SiO}_2$ 媒体のHcを示している。スパッタリングアルゴン圧力は、15μmであった。明らかに、Hcは、下層厚み及びスパッタリングガス中のN<sub>2</sub>の割合の両方が増加すると共に僅かに増加するが、この媒体の最大Hcは1700エルステッド以下である。それ故、この媒体は、高密度の記録用途には適していない。スパッタリング中にアルゴンの圧力を上昇するか又は合金のPt含有量を増加するかのいずれかによりこの媒体のHcのみを増加できるが、これら両方の解決策には、Hcの利得を相殺する欠点がある(以下に述べる)。

【0054】図7は、NiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>核生成層が使用された以外は図5及び6に示された媒体とほぼ厳密に同じスパッタリング条件(15μmのアルゴン圧力を含む)においてスパッタリングされた2.25memu/cm<sup>2</sup>のMrtを有する $\text{CoNi, Ti, Ta, Pt,}-4\%\text{SiO}_2$ 媒体のHcを示している。明らかに、NiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>核生成層を使用し、スパッタリングガス中にN<sub>2</sub>を使用すると、アルゴンの圧力が15mTorr程度に低いものであっても、約2200エルステッドの非常に高いHcが得られる。図6と7を比較すると、非ドーブの下層のみで形成された媒体に比して、核生成層を有するこの $\text{CoNi, Ti, Ta, Pt,}-4\%\text{SiO}_2$ 媒体で得られた500エルステッドの甚だしいHcの増加は、主として、ドーブされた核生成層を適切に選択したためであることに注意されたい。

【0055】図8は、15mTorrのアルゴン圧力において、変化する厚みの非ドーブのNiP下層の上に、スパッタリングガス中に1.2%のN<sub>2</sub>が存在する状態でスパッタリングされた別の合金 $\text{CoNi, Ti, Ta, B, Pt,}-2\%\text{CoO}$ のHcを示している。この媒体は、2.5menu/cm<sup>2</sup>のMrtを示した。この媒体のHcは、NiP下層の厚みの増加と共に増加する。図6と比較すると、図8の達成可能な最大Hcは、同じスパッタリング条件に対し約2000エルステッド高いものである。これは、磁性合金の相違によるものと考えられる。いかなる場合にも、以下に示すように、非ドーブのNiP下層は、図8に示すHcの改善を与えるが、下層厚みが増加すると、合金の媒体ノイズが甚だしく増加する。図8とは全く対照的に、図9は、20mTorrのアルゴン圧力において、変化する厚みのNiP-1%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成層の上に、スパッタリングガス中に1.2%のN<sub>2</sub>が存在する状態でスパッタリングされた2.5menu/cm<sup>2</sup>のMrtを有する同じ $\text{CoNi, Ti, Ta, B, Pt,}-2\%\text{CoO}$ 合金のHcを示している。この場合も、ドーブされたNiP核生成層が使用されたときに高いHcが得られることが明らかである。

【0056】表1は、日本国特許出願5-197944（ムラヤマ氏等）に開示されたように、非ドーブのNiP下層の上に異なるアルゴン圧力でスパッタリングされた2.5 menu/cm<sup>2</sup>のMrtを有するCoNi, Ti, Ta, B, Pt, -2%CoO合金の記録結果を示している。各々の場合に、媒体は150Å厚みの水素添加した炭素のオーバーコート層を有していた。記録の測定は、Guzik-501テスター（カリフォルニア州、サンタクララのグジク社により製造された）において、p1/g/p2が3.2/0.3/3.2μmで、トラック巾が6.0μmで、巻回数が42の薄膜誘導ヘッドを用いて行った。記録の測定は、0.873インチの半径において、線速度が494インチ/秒で、記録密度が60キロ磁束変化/インチで行った。公称フライ高さは、約2.4μインチであった。

【0057】表1に示されたように、厚い非ドーブのNiP下層の上に15mTorrでスパッタリングされた2.5 menu/cm<sup>2</sup>のMrtを有するCoNi, Ti, Ta, B, Pt, -2%CoO合金は、非常に悪いビットシフトを生じる非常に高い書き込みジッタを示している。又、表1に示されたように、これらのフィル

ムのスパッタリング中のアルゴン圧力が25ないし30mTorrに増加されそして書き込みジッタ及びビットシフトが相当に改善されたとしても、OWが悪化する。これらの結果は、チェン氏等の前記「薄膜記録媒体の性能範囲の物理的な原点」に示唆されたように、高いアルゴン圧力が磁性粒子間に分離を生じ、媒体ノイズを減少できることを示している。しかしながら、以下に述べるように、アルゴン圧力を増加して書き込みジッタを減少するこの解決策は、OWが悪化する（方形度の減少から）ので、望ましいものではない。非ドーブのNiP下層は、媒体ノイズを減少するように磁性粒子間の絶縁分離剤の分離を容易にするものではないと判断した。従って、任意の下層（非ドーブのNiPのような）は、その後の磁性粒子の成長に対して最適な核生成層を与えるものではない。図8及び表1に示されたように、ムラヤマ氏等により教示された非ドーブのNiP下層は、低いアルゴン圧力において高いHcを与えることができるが、低い圧力では書き込みジッタノイズが急激に増大する。

【0058】

【表1】

表 1

非ドーブのNiP下層の上のCoNi, Ti, 5 Ta, 5 B, Pt, -2%CoO

Par	NiP 層厚み	Hc	振幅	PW50	OW	書 込 ジッタ	ビット シフト
(mtorr)	(Å)	(Oe)	(mV)	(nS)	(-dB)	(nm)	(E-09, nS)
15	350	1946	0.492	42.85	32.7	6.64	8.48
15	425	1938	0.469	43.58	32.44	8.08	9.84
25	300	1950	0.498	41.7	32.09	3.77	6.52
30	300	1877	0.506	41.71	31.7	2.95	6.18

【0059】表2は、低いアルゴン圧力において、スパッタリングガス中に1.4%のN<sub>2</sub>が存在する状態で、厚みが約330ÅのNiP-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成層の上に、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の割合を変えてスパッタリングされた同じCoNi, Ti, Ta, B, Pt, -2%CoO合金に対する記録結果を示している。記録の測定は、エアベアリングスピンドルを有するGuzik-1001テスター（カリフォルニア州、サンタクララのグジク社により製造された）において、p1/g/p2が3.2/0.3/3.2μmで、トラック巾が6.0μmで、巻回数が42の薄膜誘導ヘッドを用いて行った。記録の測定は、0.873インチの半径において、線速度が494インチ/秒で、記録密度が60キロ磁束変化/インチで行った。公称フライ高さは、約2.4μインチであった。

【0060】表2は、ほぼ同じHcを有する2組の媒体を示している。NiP-1%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成層を用いて23mTorrのアルゴン圧力でスパッタリングされた

媒体を、NiP-3%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成層を用いて18mTorrのアルゴン圧力でスパッタリングされた媒体と比較すると、後者は良好なOW及び良好なPW50を示すが、書き込みジッタはほぼ同じで且つビットシフトは若干良好なだけである。NiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成層を用いて18mTorrでスパッタリングされた媒体を、NiP-3%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を用いて15mTorrでスパッタリングされた媒体と比較すると、後者は良好なOW及び良好なPW50を示すと同時に低い書き込みジッタ及び低いビットシフトを維持する。これらの結果を表1に示したものと比較すると、ドーブ剤をもつ核生成層の使用により、非常に低いアルゴン圧力でも書き込みジッタノイズが非常に低い媒体が形成される。最初に説明したように、これは、選択された核生成層がその後の磁性層の成長を定めそして大きな角度の粒子境界を形成してこれらの粒子境界で分離剤が均一に分離できるようにするからである。その結果、粒子間交換が完全に排除され、従って書き込みジッタノイズが非常に低いものとな

る。

【0061】

【表2】

表 2

好ましい核生成層を用いてスパッタリングされた

CoNi, Ti, 5 Ta, 5 B, Pt, 2% CoO

Par	核生成層	Hc	振幅	PW50	書込 ジッタ	OW	ビット シフト
(mtorr)		(Oe)	(mVp-p)	(nS)	(nm)	(-dB)	(E-9, nS)
18	NiP-3%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1994	0.472	36.7	2.89	34.92	6.01
23	NiP-1%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1920	0.4989	37.3	2.8	34.62	6.08
15	NiP-3%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1852	0.474	37.23	3.16	35.49	6.29
18	NiP-2%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1811	0.5147	37.52	3.51	35.4	6.37

【0062】図10及び11は、各々NiP及びNiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成層を用いてスパッタリングされたCoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体の高分解能TEM顕微鏡写真を示す。図10に示す非ドーブのNiP上のCoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>フィルムは、20 mTorrのアルゴン圧力において $1.2 \times 10^{-6}$  Torrの分圧のH<sub>2</sub>O及び0.6%のN<sub>2</sub>の存在中で、300 Å厚みのNiP下層の上にスパッタリングされたものである。図11に示されたNiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>上のCoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>フィルムは、15 mTorrのアルゴン圧力において、 $1.2 \times 10^{-6}$  Torrの分圧のH<sub>2</sub>O及び0.9%のN<sub>2</sub>の存在中で、300 Å厚みのNiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成層の上にスパッタリングされたものである。アルゴン圧力及びガス中の%N<sub>2</sub>に若干の相違があるが、これは、フィルムのマイクロ構造に本質的に影響を及ぼさないことが期待される。

【0063】図10に示すように、粒子は、ある領域において分離されると考えられるが、ほとんどの粒子はその隣接粒子に結合され、これにより、粒子間の分離チャンネルが非常に非均一で且つ不連続なものにされる。従って、この媒体の粒子は少なくとも部分的に交換結合され、これにより、Hcを低下し且つ媒体のジッタノイズを増加させる。これは、比較的高い18%の白金含有量においても、シミズ氏等（前記の「CoPtCr複合磁性薄膜」）並びにヨーロッパ特許出願0 531 035 A1及び日本国特許出願5-73880により低い保磁力が得られる理由を説明するものである。

【0064】これに対し、図11に示すように、粒子は、ほぼ10 Å厚みのチャンネルによって均一に分離され、これは、粒子間の交換相互作用を完全に破壊し、従って、低い書き込みジッタ及び高いHcを与えるに充分である。これは、前記「薄い金属フィルムのマイクロ磁気研究」に記載されたズー氏等の理論的な研修から期待されるものである。更に、均一な分離チャンネル及び均一な粒子サイズにより、粒子間の静磁気学的相互作用は均一となり、これにより、高い方形度が与えられる。図10及び11は、NiP-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成層が分離

剤の均一な分離を容易にし、非常に低い書き込みジッタを与えると同時に、高いHcを達成し且つ大きな方形度を維持することを明確に実証するものである。

【0065】又、図10及び11は、日本国特許出願5-197944（シミズ氏等）に開示されたような磁性合金の混合形態でSiO<sub>2</sub>が存在することは、最低の書き込みジッタノイズを確保するに充分な条件ではないことを明確に示している。実際に、「CoPtCr複合磁性薄膜」と題するシミズ氏等の出版された研究は、非混合CoPt<sub>11</sub>Cr<sub>11</sub>及び複合CoPt<sub>11</sub>Cr<sub>11</sub>-SiO<sub>2</sub>フィルムのTEM顕微鏡写真を示している。この参考文献には、次のように述べられている。即ち、「粒子境界はいずれのフィルムにおいても明確でなく、非常に微細な構造を示している。エネルギー分散x線分析（EDX）は、粒子境界において著しい分離を示すことなくSi原子が全て複合フィルム上に均一に分布されたことを明らかにしている。」

【0066】シミズ氏等のCoCrPt-SiO<sub>2</sub>混合物における媒体ノイズの減少は、主として、粒子サイズの減少、即ち粒子ノイズの減少から生じると考えられる。これは、シミズ氏等により教示された解決策（即ち、核生成層をもたない）では、磁性粒子間に完全な分離が得られないことを示している。先に述べたように、考えられる最小のノイズを得るには、粒子間交換で誘起されるノイズを完全に排除しなければならない。これは、絶縁分離剤の分離を容易にするために適切な核生成層（ドーブ剤をもつNiPのような）を使用する場合にのみ起こり得ることが分かった。又、図11は、日本国特許出願5-197944（ムラヤマ氏等）により教示されたようにドーブ剤をもたないNiP核生成層に形成されたSiO<sub>2</sub>を含む磁性合金は、粒子間交換結合を完全に抑制しそして最低の媒体ノイズを与えるに充分な条件ではないことを示している。

【0067】最低の媒体ノイズ及び非常に高い方形度を得るためには、磁気記録層が、適切な核生成層上に形成された非可溶性の分離剤化合物を含むだけでなく、低いアルゴンスパッタリング圧力及び低いH<sub>2</sub>O分圧という

適切なスパッタリング条件のもとでスパッタリングされねばならないことが分かった。以下、このようなプロセス条件を用いる背景にある根本的な理由を説明する。

【0068】図12ないし14は、異なる $H_2$ 、 $O$ 分圧のもとで、50nm厚みの非ドープのスパッタリングされたNiP下層の上に30mTorrのアルゴン圧力でスパッタリングされたCoNi, Pt, フィルムに対して日立走査電子顕微鏡により得られた高分解能走査電子顕微鏡写真(SEM)を示している。図12に示されているのは、 $2.8 \times 10^{-6}$  Torrの $H_2$ 、 $O$ 分圧でスパッタリングされた媒体のSEMであり、図13は、 $1.1 \times 10^{-6}$  Torrの $H_2$ 、 $O$ 分圧でスパッタリングされた媒体のSEMであり、そして図14は、 $1.1 \times 10^{-6}$  Torrの $H_2$ 、 $O$ 分圧でスパッタリングされた媒体のSEMである。

【0069】図12及び13から明らかなように、低い $H_2$ 、 $O$ 分圧でスパッタリングされた磁性フィルムの粒子は、ほとんど単結晶粒子より成る。しかしながら、図14には、互いに集群化して粒子を形成する多数の小さな結晶が示されている。これらの集群化された粒子のサイズ及び形状は、ある領域から別の領域へと変化する。一方、低い $H_2$ 、 $O$ 分圧の存在中でスパッタリングされたCoNi, Pt, フィルムの場合には(図12及び13)、個々の粒子がほぼ完全にCoNi, Pt, の単結晶である。他方、図14は、互いに密接に結合されと思われ、ひいては、集群化された粒子内におそらく著しく交換結合されと思われる多数の単結晶を含む領域を示している。磁化が反転する間に、異なるサイズの集群化粒子が異なる磁界において反転し、広いスイッチングフィールド分布、ひいては、低い方形度を生じる。従って、スパッタリング中に $H_2$ 、 $O$ の分圧が低いことは、磁化の反転中に非常に均一なスイッチングを生じ、鮮明なスイッチングフィールド分布、ひいては、高いS\*を与える。

【0070】図15は、約0.5重量%のAl, O, がドープされたスパッタリングされたNiP(15.5重量%のPを含む)の300Å厚みの核生成層の上に磁性合金CoNi, Pt, 及びCoNi, Pt, -2%CoOを形成する場合にスパッタリングガスにおける $H_2$ 、 $O$ の分圧の関数として保磁力方形度S\*をプロットしたものである。核生成層及び磁性層の両方をスパッタリングする間のアルゴン圧力は、30mTorrの保持した。図15は、2組の媒体に対するデータを示し、その一方は、誘導性ヘッドを用いる記録用途に適した約3.0memu/cm<sup>2</sup>のMr tを有するものであり、そして他方の媒体は、磁気-抵抗ヘッドを用いた記録用途に適した約1.2memu/cm<sup>2</sup>の低いMr tを有するものである。明らかに、各媒体のS\*は、スパッタリング中の $H_2$ 、 $O$ 分圧が増加するにつれて下降する。最初に述べたように、将来の高記録密度の用途では、誘導性ヘッド用の

好ましい媒体は、少なくとも0.85のS\*を有していなければならない、そしてMRヘッド用の好ましい媒体は、少なくとも0.8のS\*を有していなければならない。それ故、スパッタリング中の $H_2$ 、 $O$ 分圧は、少なくとも $5 \times 10^{-6}$  Torrに保持しなければならない。

【0071】図16ないし18は、1%Al, O, がドープされたNiP(15.5重量%のPを含む)の300Å厚みの核生成層の上にCoNi, Ti, , Ta, , B, Pt, -2%CoO合金を付着する間の変化するアルゴンスパッタリング圧力の作用を示している。記録層は約45nm厚みでありそして $H_2$ 、 $O$ の分圧は約 $2 \times 10^{-6}$  Torrであった。図16には、20mTorrのアルゴン圧力でスパッタリングされた記録層が示されている。図16に示された粒子は、非常に均一に分布された均一サイズのほぼ単結晶のものである。図17には、25mTorrのアルゴン圧力でスパッタリングされた記録層が示されている。ここでは、小さな結晶が粒子を形成するように互いに集群化し始めている。図18には、30mTorrのアルゴン圧力でスパッタリングされた記録層が示されている。ここでは、磁性フィルムは、明らかに、異なるサイズ、即ちかなり不均一な粒子サイズ及び分布の非常に多数の集群化した粒子を含んでいる。最初に述べたように、30mTorrでスパッタリングされる磁性フィルムは、広いスイッチングフィールド分布及び低い方形度を有することが予想される。従って、スパッタリング中のアルゴン圧力が増加されるにつれて、粒子構造は、ほぼ均一な粒子サイズ及び分布から、非常に不均一な粒子サイズ及び分布へと変化する。

【0072】表3は、アルゴンの異なるスパッタリング圧力のもとで異なる核生成層の上にスパッタリングされ、200Åの水素添加された炭素のオーバーコート層を有するCoNi, Ti, , Ta, , B, Pt, -2%CoO合金の磁気及び記録特性を示している。これらの記録特性は、Guzik-501テスターにおいて、p1/g/p2が3.2/0.3/3.2μmで、トラック巾が6.0μmで、巻回数が42の薄膜誘導ヘッドを用いて測定された。公称フライ高さは、494インチ/秒において、記録密度が60キロ磁束変化/インチで、約3.0μインチであった。測定中に、固定ディスクが標準的な「参照」媒体として使用されたことに注意されたい。表3に示された記録結果は、正規化された比率であるか又は参照ディスクに対して得た値からの差である。例えば、OW及びビットシフト値は、測定値と参照値との差であり、負の値が大きいほど、良好なビットシフト性能を示し、一方、OWに対する大きな正の数は改良を示している。同様に、書き込みジッタは比率であり、1より小さな数は改良を示している。従って、参照サンプルの場合に、相対的なOWの値が0であり、ビットシフトが0であり、そして書き込みジッタが1.0である。

【0073】明らかなように、アルゴン圧力を30mTorrから20mTorrに減少したときには、OW及びPW50が改善されたが、書き込みジッタ及びビットシフトは悪化した。S\*とSFDを比較すると、アルゴンスパッタリング圧力が低下するにつれて、S\*は増加しそしてSFDは減少する。従って、低いアルゴン圧力が高い方形度により望まれるが、この場合にこの慣例を適用することは、書き込みジッタ及びビットシフトによって限定される。この場合には、表2に比して、ドーブ剤として1%のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>のみを有する核生成層が使用され、そ

10

表 3

異なる核生成層を用いてスパッタリングされた  
CoNi, Ti, 5 Ta, 5 B, Pt, -2%CoO

Par (mtorr)	核生成層 /下層	Hc (Oe)	S*	SFD	PW50 (ratio)	書込 ジッタ (ratio)	OW diff.)	ビットシ フト (E-9, diff.)
30	NiP-1%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1899	0.868	0.161	0.98	0.742	-0.38	-0.66
25	NiP-1%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1863	0.899	0.124	0.96	0.84	-0.05	-0.76
20	NiP-1%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1857	0.907	0.12	0.96	0.989	0.41	-0.48
15	NiP	1900			1.01	0.985	1.54	1.95

\*\*参照媒体は、保磁力が1920エルステッドで、Mr tが2.38 mem u/cm<sup>2</sup>で、200Åの水素添加された炭素オーバーコート有し、NiP核生成層を用いて30mTorrのアルゴン圧力でスパッタリングされたCoNiCrPt媒体である。

【0075】又、磁気記録層のスパッタリング中にN<sub>2</sub>のような作用ガスを少量添加することにより、書き込みジッタノイズが更に減少されると共に、方形度が一般に改善されることも分かった。以下に示すように、本発明により磁気記録層のスパッタリング中に少量のN<sub>2</sub>を導入すると、PW50又はOWに否定的な影響を及ぼすことなく書き込みジッタを更に改善するよう助成する。これは、粒子ノイズが減少すると共に、交換で誘起されるノイズが更に減少することにより生じると考えられる。従って、ある量の作用ガスが磁性粒子の境界で分離され、そして個々の粒子を更に絶縁すると考えられる。更に、誘導ヘッド用に約2.5 mem u/cm<sup>2</sup>のMr tを有するような厚い磁気フィルムにおいては、H<sub>2</sub>Oの分圧が非常に低く、例えば、1.2 x 10<sup>-6</sup> Torrであるときに結晶の磁化容易軸(c軸)が平面から外れて成長する傾向になることも分かった。作用ガスの添加は、容易軸を記録媒体の平面に戻すように助成する。しかしながら、この平面から外れた成長は、磁気抵抗ヘッド用に約1.0 mem u/cm<sup>2</sup>のMr tを有するような薄い磁気フィルムの場合には重大な問題にならない。以下の説明において、N<sub>2</sub>添加の作用について述べる。

【0076】図19ないし21は、約2.5 mem u/cm<sup>2</sup>のMr tを有し、RFダイオードスパッタリングシステムにおいて、NiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の300Å厚みの核生成層の上に、2.0 x 10<sup>-6</sup> Torrの水の一

定分圧及び20mTorrの一定アルゴン圧力のもとでスパッタリングされたCoNi, Ti, 5 Ta, 5 B, Pt, -2%CoO合金に対し、Hc、S\*及びSFDを各々変化させるN<sub>2</sub>濃度の関数として示している。図19から明らかなように、磁気記録層のHcは、約0.5%のN<sub>2</sub>濃度まで増加した。図20は、スパッタリング中にこの少量のN<sub>2</sub>を導入することにより磁気媒体のS\*も改善されることを示している。更に、図21は、スパッタリング中に少量のN<sub>2</sub>ガスを導入することにより媒体のSFDも低下するが、その作用は約0.2%でピークとなることを示している。

【0077】種々の磁性合金に対する広範囲な研究の結果、スパッタリング中にN<sub>2</sub>のような作用ガスを導入したことにより磁性層のHcに及ぼされる作用の性質は、異なる合金に対して異なるものであるが、方形度は、一般に、少量のN<sub>2</sub>の導入に伴い常に増加し、そしてSFDは、H<sub>2</sub>Oの分圧が5 x 10<sup>-6</sup> Torrより低く維持される場合には減少することが示された。現在では、N<sub>2</sub>の導入に伴う方形度の増加は、少なくとも2つの作用により生じると考えられる。第1に、N<sub>2</sub>ガスの導入は、磁性粒子の円柱状の成長を抑制する。第2に、N<sub>2</sub>ガスの導入は、磁性結晶のc軸(結晶の易磁化軸)を媒体の平面内に強制的に留まらせる。これら両方の作用は、方形度を増加し、スイッチングフィールド分布を減少する。

50

【0078】図22ないし24は、水及びN<sub>2</sub>の異なる分圧状態のもとで約300Å厚みのNiP-2%Al、O、核生成層の上に20mTorrのアルゴン圧力においてスパッタリングされたCoNi、Ti、Ta、B、Pt、-2%CoO合金に対し、フィリップスのEM430STにより得られた高分解能透過電子顕微鏡(HRTEM)の顕微鏡写真の平面図である。図22は、約 $3.5 \times 10^{-9}$ TorrのH<sub>2</sub>O分圧及び0%N<sub>2</sub>ガスのもとでスパッタリングされた媒体に対応する。図23は、約 $3.5 \times 10^{-9}$ TorrのH<sub>2</sub>O分圧において、約0.6%N<sub>2</sub>ガスがスパッタリングガスに存在する状態でスパッタリングされた媒体に対応する。図22と23を比較すると、図22のCoNi、Ti、Ta、B、Pt、-2%CoO合金の粒子は、小さくて、1つの単結晶粒子から互いにより完全に分離されている。これは、N<sub>2</sub>の導入により分離剤の分離が更に向上し、これが個々の粒子を更に効果的に分離しそして媒体ノイズを更に減少することを実証している。これと同時に、粒子のサイズが更に減少され、粒子ノイズを減少させる。それ故、全媒体ノイズが最小の媒体が提供される。

【0079】図24は、H<sub>2</sub>Oの若干高い分圧、特に、 $1.2 \times 10^{-9}$ Torrで、しかも、2%という比較的高いN<sub>2</sub>含有量の存在中でスパッタリングされたフィルムを示している。高い濃度のN<sub>2</sub>ガスは、比較的非均一な粒子サイズを生じると共に、フィルムにわたり粒子間に非均一な分離を生じることが明らかである。従って、磁性粒子間の静磁気学的相互作用がフィルムにわたって非均一となり、図20及び21に示したように、低いS\*及び高いSFDを生じる。

【0080】(1)磁性結晶のc軸を平面内に維持し、(2)単結晶粒子の成長を容易にしそして(3)非可溶性の安定な化合物(この場合は、CoO)の分離を容易にすることによって粒子の分離作用を非常に増強し易くするためには、明らかにN<sub>2</sub>濃度が低い範囲であることが望ましい。しかしながら、ある限界を越えると、粒子のマイクロ構造が著しく非均一となり、ひいては、方形度を低下させる。それ故、磁性層の付着中に導入するためのN<sub>2</sub>の正しい量を選択することが非常に重要となる。ムラヤマ氏等の日本国特許出願は、N<sub>2</sub>の使用について記載しているが、0.1ないし10%の引用された範囲は、米国特許第4,749,459号(ヤマシタ氏等)に教示されたように磁性層のHcを制御するためのもので、本発明によって教示されるように形態学的な制御を行うものではないことに注意されたい。図24に示すように、多量のN<sub>2</sub>の存在中でスパッタリングすると、非均一な粒子の成長を生じ、結局は、方形度が悪くなる。それ故、ムラヤマ氏等により教示された以外にHcを制御する他の好ましい方法、例えば、合金のPt含有量を増加するような方法があると考えられる。

【0081】又、図23及び24は、多量のN<sub>2</sub>、それ自

体を分離剤として使用できるが、この場合も、あまりに多量のN<sub>2</sub>は、悪い方形度、広いSFDを生じ、ひいては、悪いPW50及び悪いOWを生じる。従って、安定な非可溶性分離剤及び少量のN<sub>2</sub>の組合せは、粒子間交換結合を完全に抑制すると同時に非常に高い方形度を維持するのに非常に有効である。これは、公知技術では明らかに認識されていない。というのは、例えば、ムラヤマ氏等は、本発明によって教示されるN<sub>2</sub>の役割を認識しないことを示唆するほどの広さの0.1ないし10体積%の広範囲のN<sub>2</sub>を教示しているからである。

【0082】表4は、好ましい動作モードを説明するために本発明の教示のようにスパッタリングされた4分子%のSiO<sub>2</sub>、分離剤を有するCoNi、Ti、Ta、Pt、磁性合金のプロセス状態、磁気特性及び記録特性を示している。比較のために、ドーブ剤なしでNiP核生成層上に高いアルゴン圧力でスパッタリングされたCoNi、Cr、Pt、媒体、及び高いアルゴン圧力でスパッタリングされた2分子%のCoO分離剤を有するCoNi、Ti、Ta、B、Pt、合金も含ませてある。各ディスクは、200Å厚みの水素添加された炭素のオーバーコートを有する。記録の測定は、エアベアリングを有するGuzik-1001テスター(カリフォルニア州、サンタクララのグジク社により製造された)において、p1/g/p2が3.2/0.3/3.2μm、トラック巾が6.0μmそして巻回数が42の薄膜誘導ヘッドを用いて行った。記録の測定は、0.873インチの半径において、線速度が493.67インチ/秒で、記録密度が51.45キロ磁束変化/インチで、公称フライ高さが約2.5μインチで行った。

【0083】表4に示された記録結果は、最良の性能を発揮する市販のCoCrTa指向の媒体の1つである参照ディスクに対して正規化されている。例えば、OW及びビットシフト値は、参照媒体との差であり、高い負の値は優れたビットシフト性能を指示する一方、OWに対する大きな正の数は改良を示し、そして書き込みジッタは比であり、1より小さな数は改良を示す。従って、参照サンプルに対しては、相対的なOW値が0であり、ビットシフトが0であり、そして書き込みジッタが1.0である。

【0084】表4は、30mTorrの高いアルゴン圧力でスパッタリングされたCoNi、Cr、Pt、(分離剤なし)の磁性合金を有するサンプル「F」の記録結果を示している。この媒体は、参照サンプルよりも悪いPW50、悪いOW及び相当に悪い書き込みジッタを示すことが明らかである。サンプル「A」は、十分な分離剤を含むと思われるが非ドーブのNiP下層の上に25mTorrの高いアルゴン圧力でスパッタリングされた磁性合金より成る。この媒体は、分離剤の存在により、若干低いアルゴン圧力にも係わらず、CoNi、Cr、Pt、媒体よりも低い書き込みジッタノイズを示す。しかしなが

ら、この媒体に対するOWは、前記した理由で相当に悪い。比較のために、サンプル「G」は、磁気フィルムにおける分離剤の含有量が低く、特に、2%であり、核生成層におけるドーパ剤の量が少なく、特に1%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  であり、そして高いアルゴン圧力、特に23mTorrでスパッタリングされたものである。書き込みジッタは、サンプル「F」より優れているが、サンプル「A」ほどは良好でない。OWも、サンプル「F」及び「A」より優れており、これは、酸化物ドーパされた核生成層に起因する。

【0085】サンプル「B」は、核生成層におけるドー

10 【0086】

【表4】

表 4

ID	磁性合金	核生成層/ 下層	核生成層/ 下層厚み	Par	N2Gas	Hc	PW50	OW	書込 ジッタ	ビット シフト
			(Å)	(mTorr)	(%)	(Oe)	(ratio)	(diff, -dB)	(ratio)	(diff, nS)
A	CoNiPtTiTa	NiP-0% -4%SiO <sub>2</sub> Dopant	300	25	1.6	1895	0.96	-1.46	0.686	-0.6
B	CoNiPtTiTa	NiP-2% -4%SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	170	15	0	1906	0.98	-0.62	0.884	-0.45
C	CoNiPtTiTa	NiP-2% -4%SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	170	15	0.34	1975	0.97	-0.58	0.825	-0.57
D	CoNiPtTiTa	NiP-2% -4%SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	150	15	0.69	1947	0.97	-0.28	0.835	-0.51
E	CoNiPtTiTa	NiP-2% -4%SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	180	12	0.69	1932	0.97	0.29	0.871	-0.36
F	CoNiCrPt <sub>11</sub>	NiP-0% Dopant	300	30	0.69	1920	1.01	-0.56	1.169	0.2
G	CoNiTiTa	NiP-1% BPT-2%CoO Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	300	23	0.69	1920	0.97	-0.3	0.914	-0.31

※参照サンプルは、Hc = 1920エルステッド、Mr t = 2.5 memu/cm<sup>2</sup> の市販のCoCrTa指向の媒体である。

※PW50及び書き込みジッタは、参照との比であり、そしてOW及びビットシフトは、参照との差である。

【0087】図25及び26は、表4からの記録結果をプロットしたものである。図25は、表4に示された種々のディスクに対するOW対書き込みジッタのグラフである。矢印100の先端で示されたグラフの左手の隅が改善の方向である。図示したように、本発明の教示によりスパッタリングされたサンプル「D」及び「E」は、公知技術によるサンプル「A」及び「G」に勝るOW及び書き込みジッタの明確な改善を示している。同様に、図26は、これらサンプルに対するOW対ビットシフトのグラフである。この場合も、矢印102の先端は改善の方向を示している。又、この場合にも、サンプル「D」及び「E」は、サンプル「A」及び「G」に勝るOW及びビットシフト性能の明確な改善を示している。

【0088】図27は、15mTorrのアルゴン圧力において300Å厚みのNiP-2%TiO<sub>2</sub>核生成層の上

ブ剤の量を特に1%から2%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  に増加しそしてアルゴン圧力を低下することにより記録性能を更に増加できることを示している。サンプル「B」、「C」及び「D」は、スパッタリングガスにN<sub>2</sub>を添加することにより記録性能を更に改善できることを示している。サンプル「E」は、アルゴン圧力を12mTorrに下げそして核生成層の厚みを180Åに若干増加することにより書き込みジッタノイズを著しく犠牲にすることなく媒体のOWを更に改善できることを示している。

10 【0086】

【表4】

表 4

ID	磁性合金	核生成層/ 下層	核生成層/ 下層厚み	Par	N2Gas	Hc	PW50	OW	書込 ジッタ	ビット シフト
			(Å)	(mTorr)	(%)	(Oe)	(ratio)	(diff, -dB)	(ratio)	(diff, nS)
A	CoNiPtTiTa	NiP-0% -4%SiO <sub>2</sub> Dopant	300	25	1.6	1895	0.96	-1.46	0.686	-0.6
B	CoNiPtTiTa	NiP-2% -4%SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	170	15	0	1906	0.98	-0.62	0.884	-0.45
C	CoNiPtTiTa	NiP-2% -4%SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	170	15	0.34	1975	0.97	-0.58	0.825	-0.57
D	CoNiPtTiTa	NiP-2% -4%SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	150	15	0.69	1947	0.97	-0.28	0.835	-0.51
E	CoNiPtTiTa	NiP-2% -4%SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	180	12	0.69	1932	0.97	0.29	0.871	-0.36
F	CoNiCrPt <sub>11</sub>	NiP-0% Dopant	300	30	0.69	1920	1.01	-0.56	1.169	0.2
G	CoNiTiTa	NiP-1% BPT-2%CoO Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	300	23	0.69	1920	0.97	-0.3	0.914	-0.31

※参照サンプルは、Hc = 1920エルステッド、Mr t = 2.5 memu/cm<sup>2</sup> の市販のCoCrTa指向の媒体である。

※PW50及び書き込みジッタは、参照との比であり、そしてOW及びビットシフトは、参照との差である。

【0087】図25及び26は、表4からの記録結果をプロットしたものである。図25は、表4に示された種々のディスクに対するOW対書き込みジッタのグラフである。矢印100の先端で示されたグラフの左手の隅が改善の方向である。図示したように、本発明の教示によりスパッタリングされたサンプル「D」及び「E」は、公知技術によるサンプル「A」及び「G」に勝るOW及び書き込みジッタの明確な改善を示している。同様に、図26は、これらサンプルに対するOW対ビットシフトのグラフである。この場合も、矢印102の先端は改善の方向を示している。又、この場合にも、サンプル「D」及び「E」は、サンプル「A」及び「G」に勝るOW及びビットシフト性能の明確な改善を示している。

【0088】図27は、15mTorrのアルゴン圧力において300Å厚みのNiP-2%TiO<sub>2</sub>核生成層の上

にスパッタリングされるCoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体のスパッタリング中にスパッタリングガスにおける%N<sub>2</sub>の関数としてHcを示している。この媒体のMr tは、磁気抵抗ヘッド用に適するようにほぼ1.0 memu/cm<sup>2</sup>に維持された。磁性合金に11原子%の白金が含まれた状態で2600エルステッド以上の非常に高いHcが得られた。この場合も、これは、シミズ氏等のEP及び日本国特許出願で観察されたHc(約200Åと推定される同じ磁性層厚みに対し17原子%のPtの場合に2000エルステッドのみ)よりも相当に高いものである。Mr tが約2.5 memu/cm<sup>2</sup>の図5に示す他の磁性合金とは異なり、CoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体のHcは、ガス中のN<sub>2</sub>の増加に伴い単調な減少を示している。ガス中に適量のN<sub>2</sub>を添加すると、高い方形度を維持しながら非常に低い媒体ノイズ



を生じることが分かった。

【0089】表5は、異なる核生成層を用いて磁気記録層を付着する間にスパッタリングガス中に異なる量のN<sub>2</sub>が存在する状態のもとで15 mTorrにおいてスパッタリングされたCoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4分子%SiO<sub>2</sub>合金の記録性能を示している。これらの媒体は、トラック巾が3.5 μmでバイアス電流が11ミリアの二重ストライプ磁気抵抗ヘッドを用いてテストされた。CoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>磁性層のスパッタリング中に存在する%N<sub>2</sub>を0から0.9%まで増加したときには、書き込みジッタが0.318 nSから0.256 nSへと減少しそしてOWが35.63から44.94へ改善される。図27に示すように、この媒体のHcは、N<sub>2</sub>の

割合が増加するにつれて単調に低下し、それ故、N<sub>2</sub>の割合の増加に伴うOWの改善は、少なくともその一部はHcの低下によるものである。注目すべきことに、Hcは低下するが、PW50は実質上変化すると思われず、これは、これら媒体の方形度がガス中のN<sub>2</sub>の割合の増加に伴い非常に増加し易いことを示すと考えられる。25 μmの高いアルゴンスパッタリング圧力のもとで、スパッタリングガス中に高い割合のN<sub>2</sub>が存在する中でスパッタリングされたCoNi<sub>1</sub>Ti<sub>11</sub>Ta<sub>11</sub>B<sub>1</sub>Pt<sub>11</sub>合金は、比較的悪いオーバーライト性能を示したが、書き込みジッタは非常に良好であった。

【0090】

【表5】

表 5

異なる核生成層の上にスパッタリングされた  
CoCrPt-4%SiO<sub>2</sub> 媒体

磁性 フィルム	Par (mTorr)	核生成層	N <sub>2</sub> -GAS (%)	振 幅 (mVp-p)	PW50 (nS)	書 込 ジッタ (nm)	OW (-dB)
CoCr <sub>11</sub> Pt <sub>11</sub> -4%SiO <sub>2</sub>	15	NiP-2%TiO <sub>2</sub>	0	0.7907	49.55	3.98	35.63
CoCr <sub>11</sub> Pt <sub>11</sub> -4%SiO <sub>2</sub>	15	NiP-2%TiO <sub>2</sub>	0.2	0.786	49.64	3.69	38.16
CoCr <sub>11</sub> Pt <sub>11</sub> -4%SiO <sub>2</sub>	15	NiP-2%TiO <sub>2</sub>	0.6	0.7703	49.68	3.29	42.64
CoCr <sub>11</sub> Pt <sub>11</sub> -4%SiO <sub>2</sub>	15	NiP-2%TiO <sub>2</sub>	0.9	0.7753	49.81	3.2	44.94
CoNiTiTaB <sub>11</sub> Pt <sub>11</sub>	25	NiP-1%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.4	0.7072	49.91	3.45	36.21

【0091】以上、特定の実施形態について本発明を説明したが、本発明の精神及び範囲から逸脱せずに種々の変更がなされ得ることが当業者に明らかであろう。例えば、本発明は、単一の磁気記録層について説明した。しかしながら、本発明のある用途では、多数の磁気記録層を使用することができる。それ故、上記の特定の説明は、本発明の実施形態を例として示したもので、本発明の範囲をこれに限定するものではない。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明により構成された堅固な薄膜磁気ディスクの断面図である。

【図2】本発明に使用される形式のスパッタリング装置の概略図である。

【図3】本発明により媒体ノイズが最小で且つ方形度が非常に高い磁気媒体のマイクロ構造を概略的に示す平面図である。

【図4】図3の磁気媒体のマイクロ構造の断面図である。

【図5】異なる量及び形式のドーパ剤を有する核生成層上にスパッタリングされたCoNi<sub>1</sub>Pt<sub>11</sub>Ti<sub>11</sub>Ta<sub>11</sub>

、Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体のHcに対するN<sub>2</sub>ガス添加の作用を示す図である。

【図6】CoNi<sub>1</sub>Pt<sub>11</sub>Ti<sub>11</sub>Ta<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体のHcに対するNiP下層の下層厚みの作用を示す図である。

【図7】CoNi<sub>1</sub>Pt<sub>11</sub>Ti<sub>11</sub>Ta<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体のHcに対するNiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>核生成層の核生成層厚みの作用を示す図である。

【図8】異なる厚みのNiP下層の上にスパッタリングされたCoNi<sub>1</sub>Pt<sub>11</sub>Ti<sub>11</sub>Ta<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体のHcに対するアルゴンスパッタリング圧力の作用を示す図である。

【図9】CoNi<sub>1</sub>Ti<sub>11</sub>Ta<sub>11</sub>B<sub>1</sub>Pt<sub>11</sub>-2%CoO媒体のHcに対するNiP-1%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>核生成層の作用を示す図である。

【図10】NiP下層の上にスパッタリングされたCoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体の高分解能透過電子顕微鏡(TEM)の顕微鏡写真である。

【図11】NiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>核生成層上にスパッタリングされたCoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub>媒体の

高分解能透過電子顕微鏡 (TEM) の顕微鏡写真である。

【図 12】付着中に異なる  $H_2$ ,  $O$  分圧で  $NiP-0.5\%Al$ ,  $O$ , 核生成層上にスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Pt$ , 媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

【図 13】付着中に異なる  $H_2$ ,  $O$  分圧で  $NiP-0.5\%Al$ ,  $O$ , 核生成層上にスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Pt$ , 媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

【図 14】付着中に異なる  $H_2$ ,  $O$  分圧で  $NiP-0.5\%Al$ ,  $O$ , 核生成層上にスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Pt$ , 媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

【図 15】付着中に異なる  $H_2$ ,  $O$  分圧でスパッタリングされた異なる  $Mrt$  の  $CoNi$ ,  $Pt$ , 及び  $CoNi$ ,  $Pt$ ,  $-CoO$  媒体の  $S^*$  を示す図である。

【図 16】異なるアルゴン圧力状態のもとでスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2\%CoO$  媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

【図 17】異なるアルゴン圧力状態のもとでスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2\%CoO$  媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

【図 18】異なるアルゴン圧力状態のもとでスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2\%CoO$  媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

【図 19】 $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2\%CoO$  媒体の磁気特性  $H_c$  に対するスパッタリング中の %窒素添加量の変化の作用を示した図である。

【図 20】 $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2$

% $CoO$  媒体の磁気特性  $S^*$  に対するスパッタリング中の %窒素添加量の変化の作用を示した図である。

【図 21】 $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2\%CoO$  媒体の磁気特性  $SFD$  に対するスパッタリング中の %窒素添加量の変化の作用を示した図である。

【図 22】スパッタリングガス中の異なる %窒素添加量のもとでスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2\%CoO$  媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

【図 23】スパッタリングガス中の異なる %窒素添加量のもとでスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2\%CoO$  媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

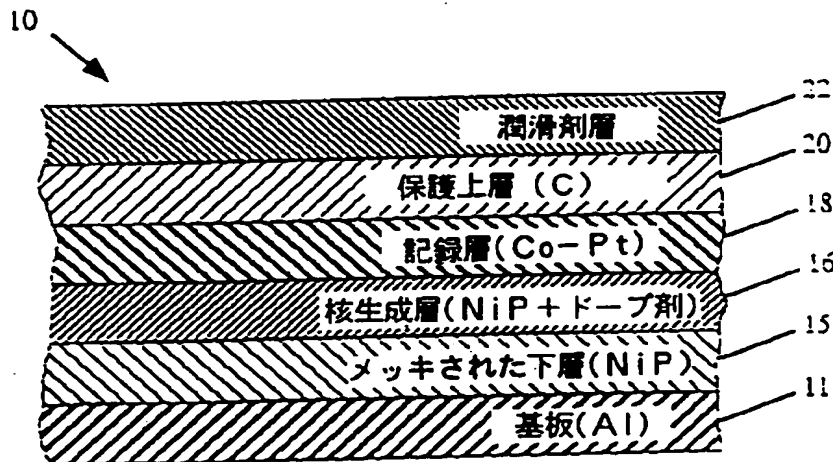
【図 24】スパッタリングガス中の異なる %窒素添加量のもとでスパッタリングされた  $CoNi$ ,  $Ti$ ,  $Ta$ ,  $B$ ,  $Pt$ ,  $-2\%CoO$  媒体の高分解能 SEM 顕微鏡写真である。

【図 25】本発明による媒体を含む種々の媒体に対し参照標準について正規化されたオーバーライト対書き込みジッタを示す図である。

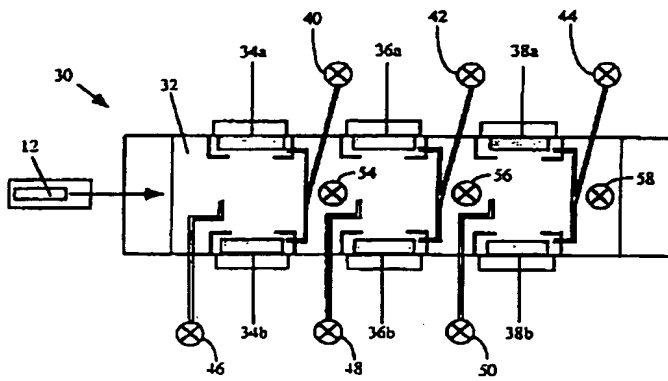
【図 26】本発明による媒体を含む種々の媒体に対し参照標準について正規化されたオーバーライト対ビットシフトを示す図である。

【図 27】 $NiP-TiO$ , 核生成層を有する  $CoCr$ ,  $Pt$ ,  $-4\%SiO$ , 媒体の  $H_c$  に対するスパッタリング中の  $N_2$  添加の作用を示す図である。

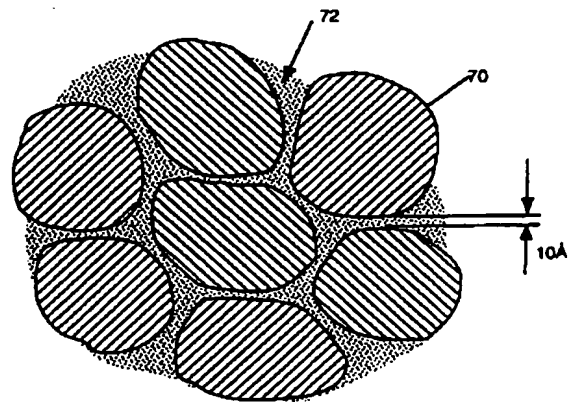
【図 1】



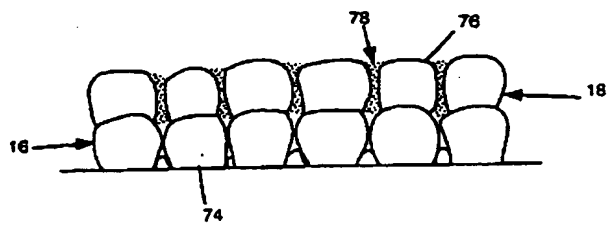
【図 2】



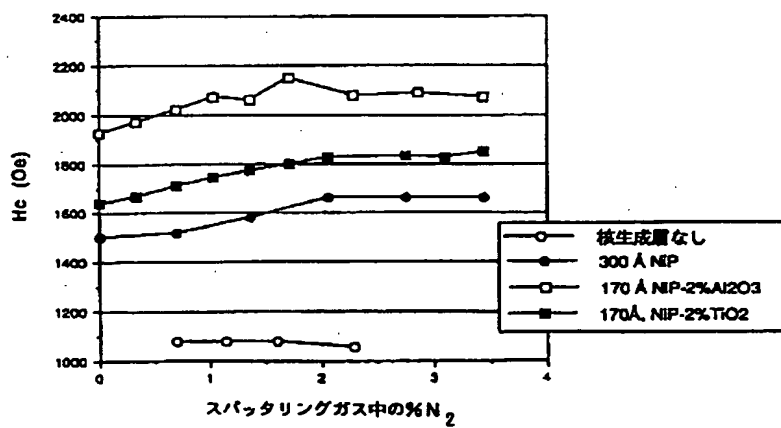
【図 3】



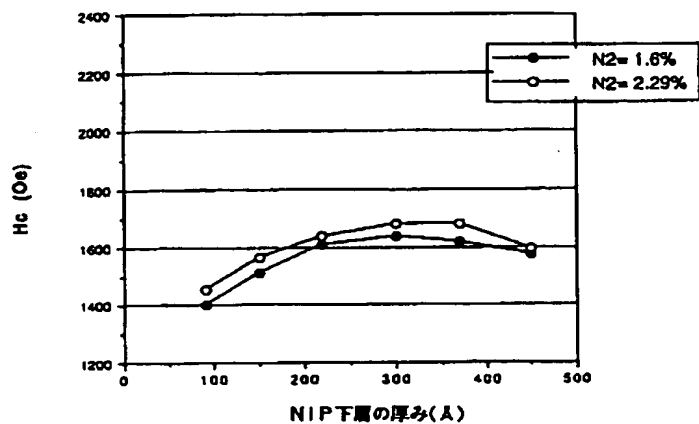
【図 4】



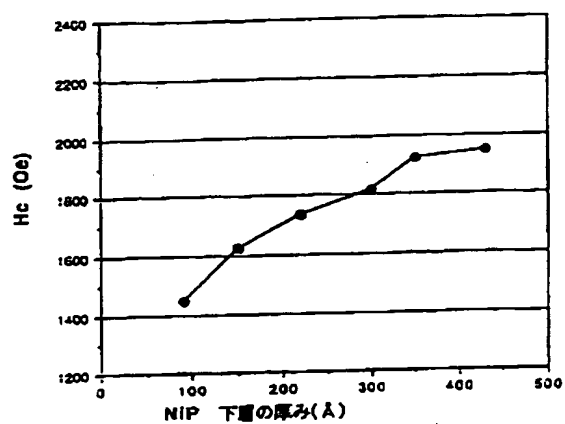
【図 5】



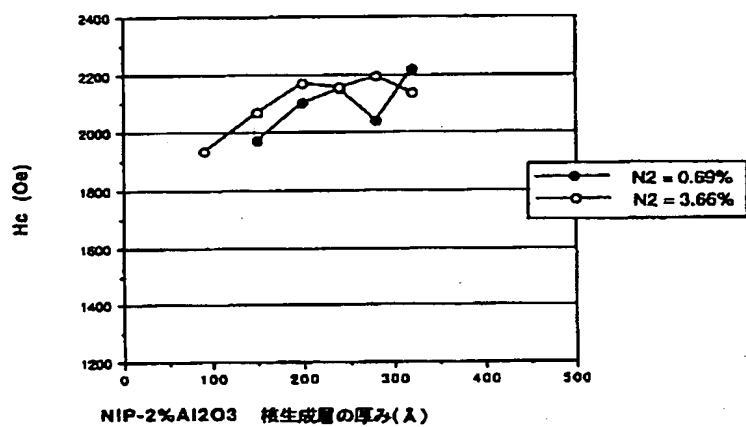
【図6】



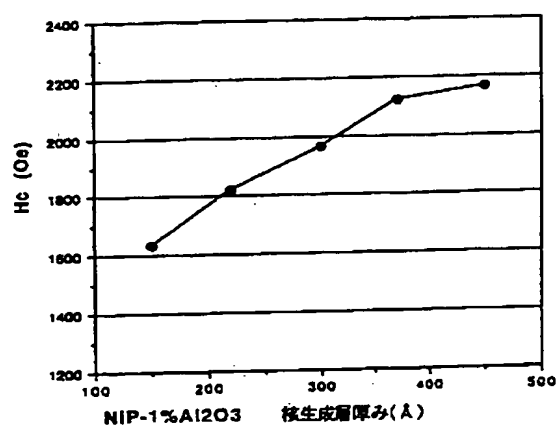
【図8】



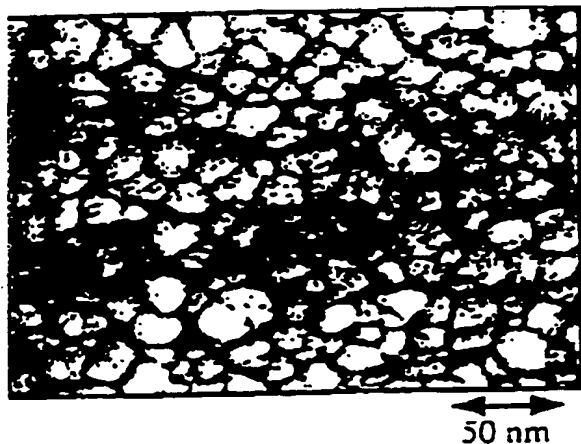
【図7】



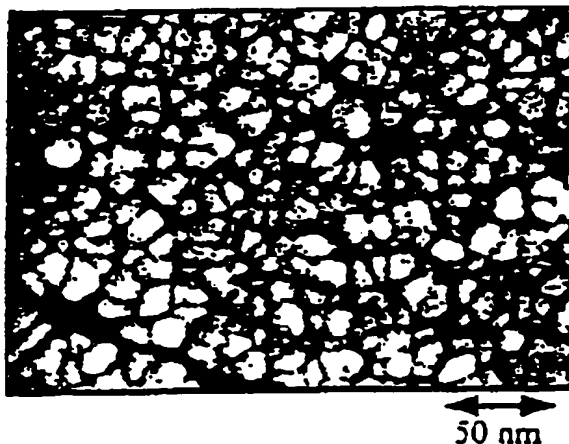
【図9】



【図12】



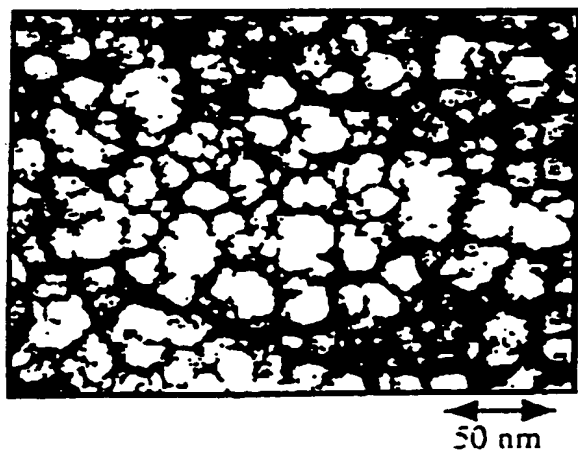
【図13】



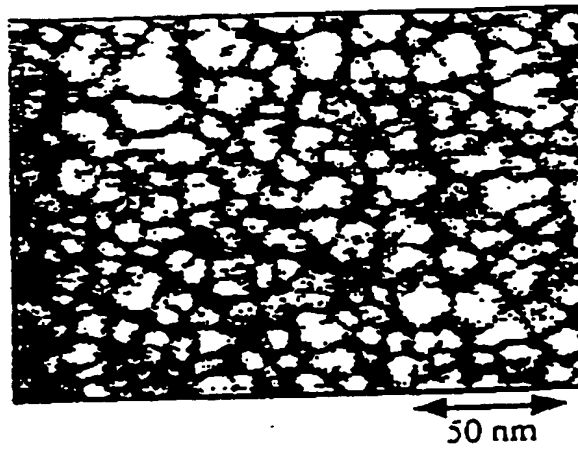
【図 1 0】



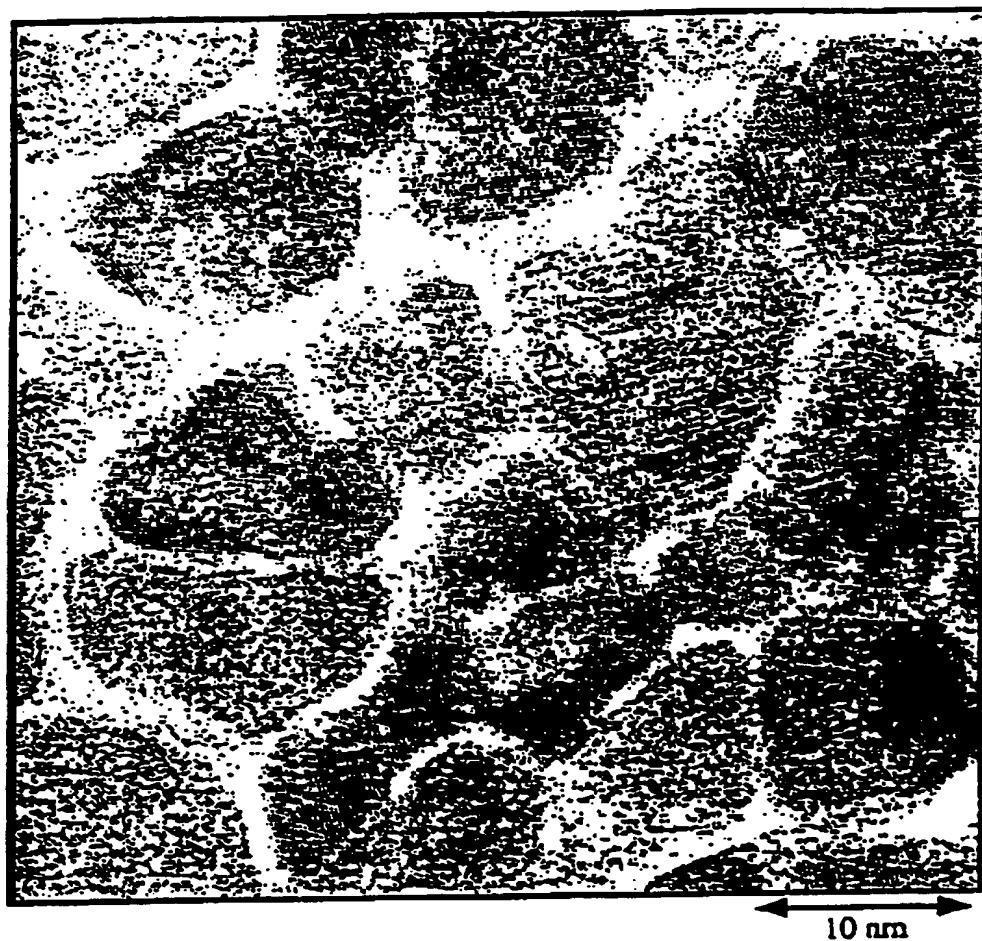
【図 1 4】



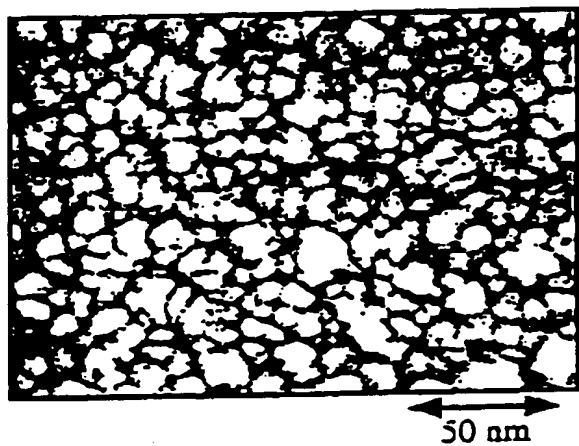
【図 1 6】



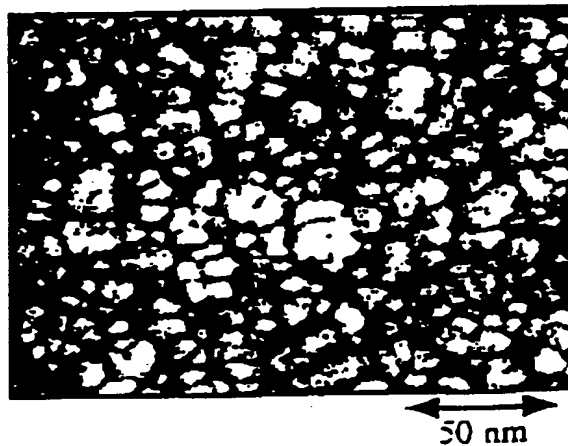
【図11】



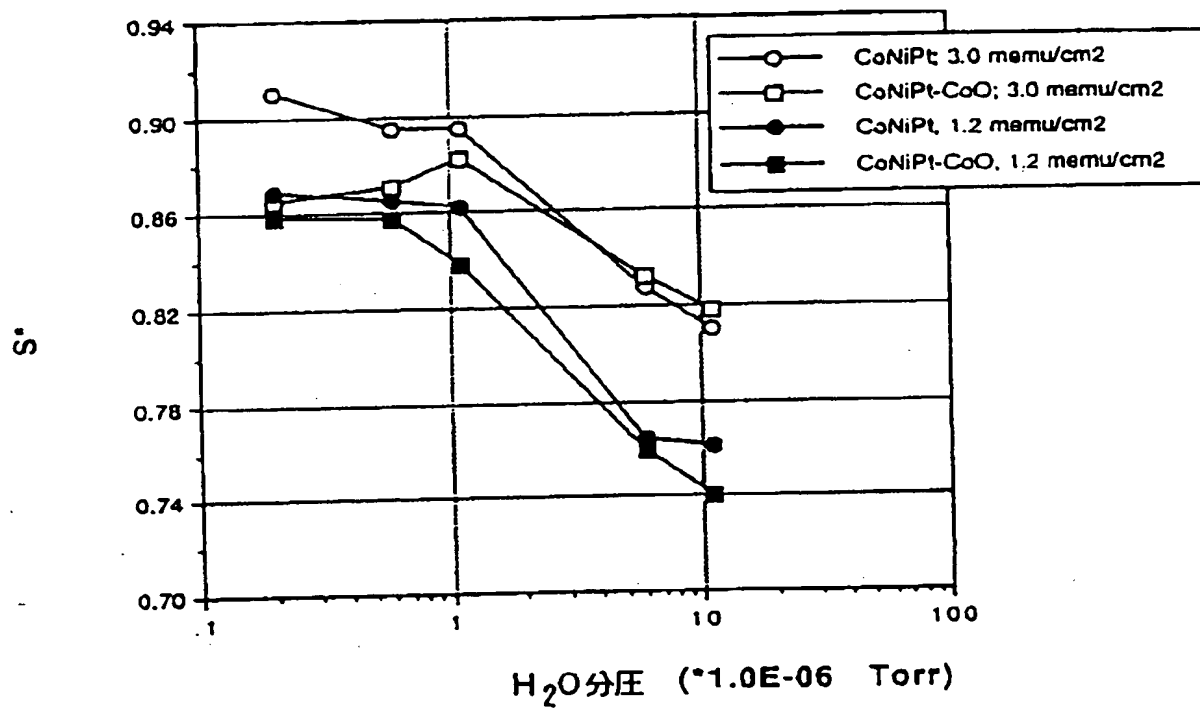
【図17】



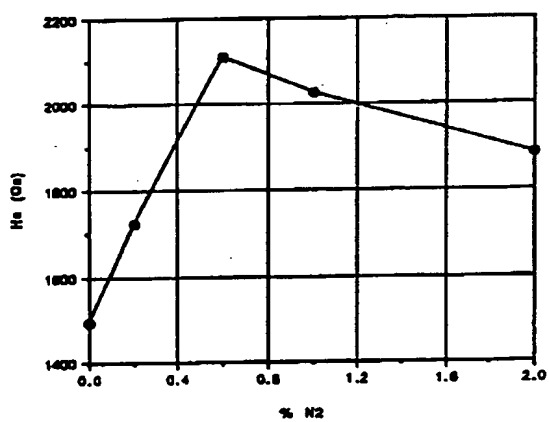
【図18】



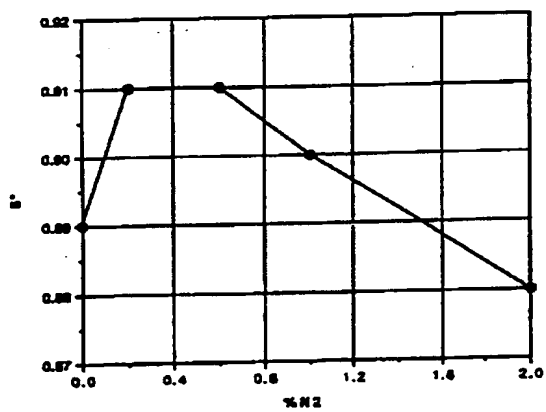
【図 15】



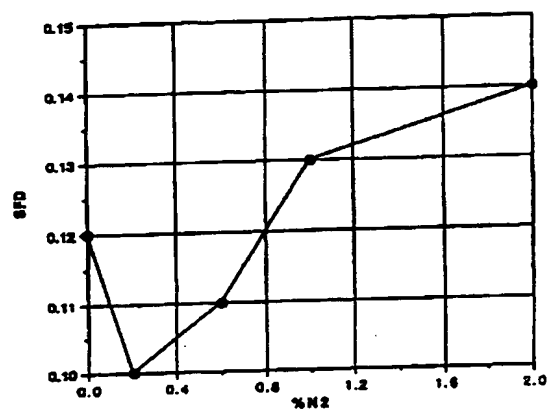
【図 19】



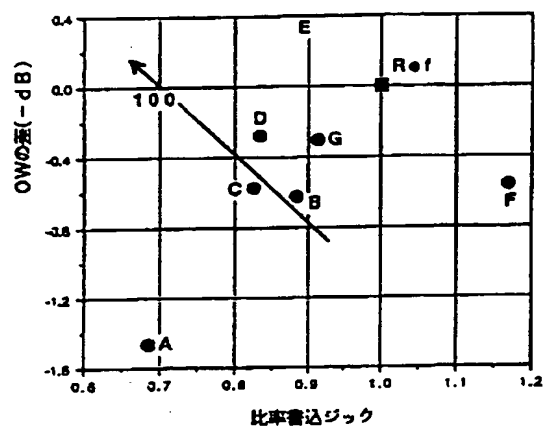
【図 20】



【図 2 1】



【図 2 5】

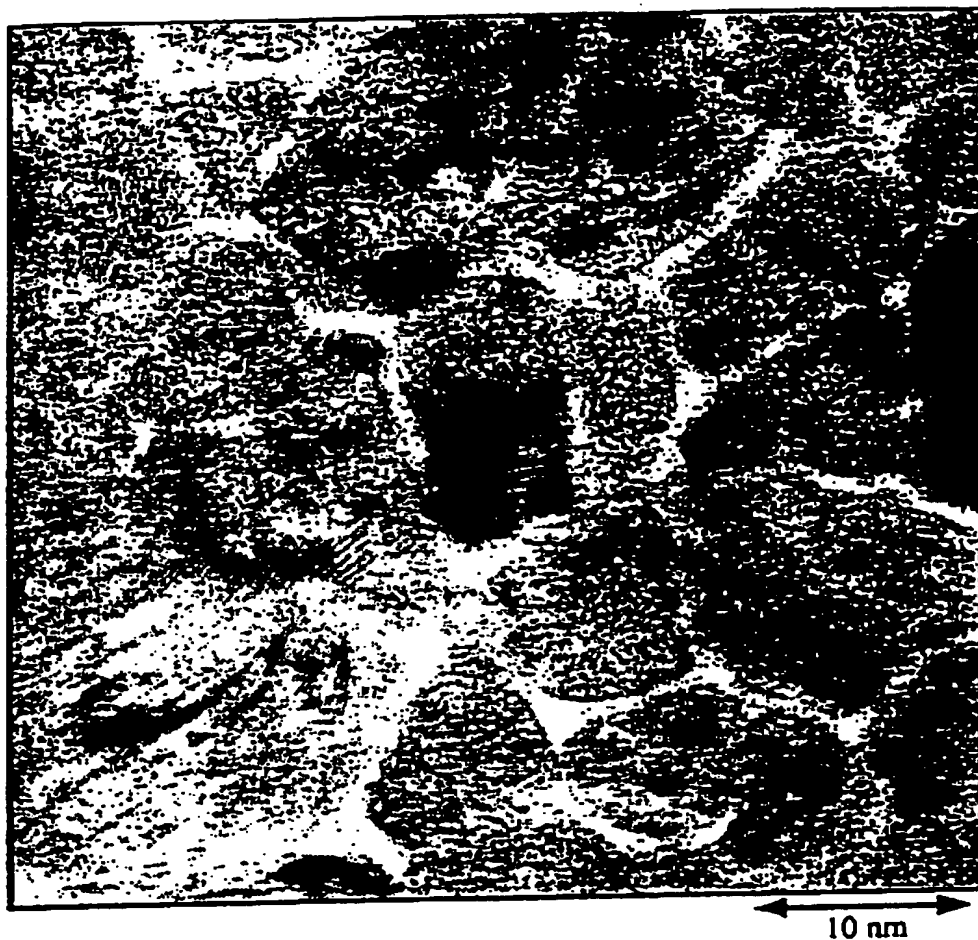


【図 2 2】

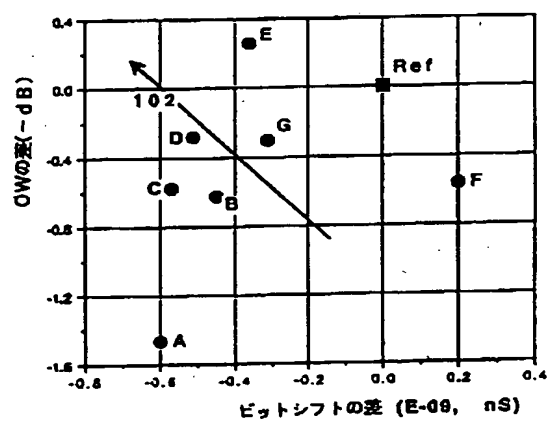




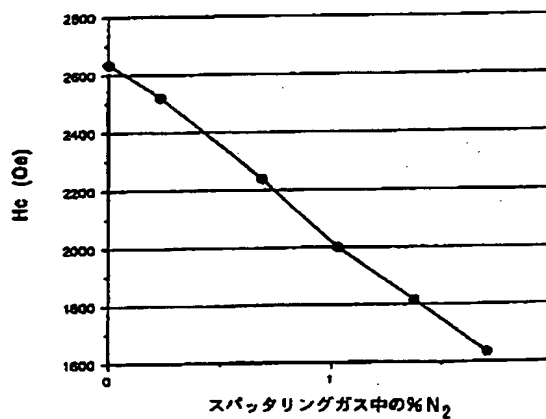
【図23】



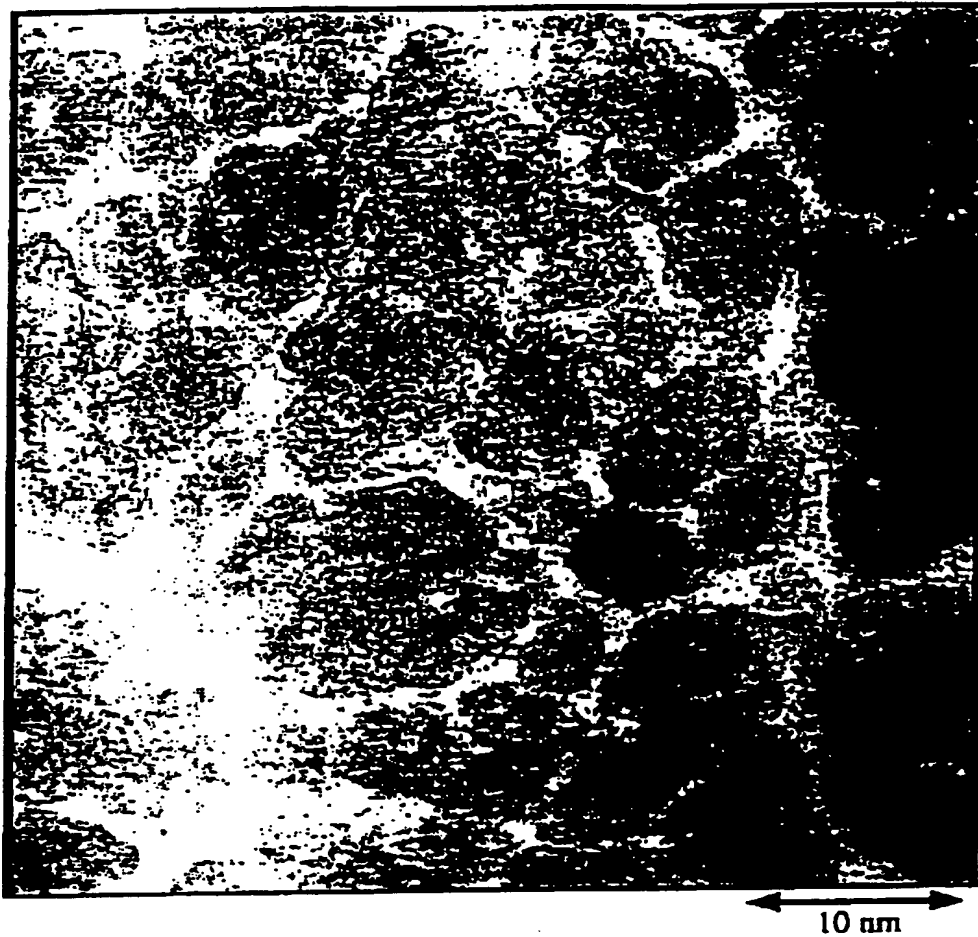
【図26】



【図27】



【図24】



フロントページの続き

(72)発明者 ラジヴ ヤダヴ ラニアン  
 アメリカ合衆国 カリフォルニア州  
 95119 サン ホセ ラドコ ドライヴ  
 6560  
 (72)発明者 ツトム トム ヤマシタ  
 アメリカ合衆国 カリフォルニア州  
 95035 ミルピタス グレンヴィュー ド  
 ライヴ 2305  
 (72)発明者 ミアオゲン ルー  
 アメリカ合衆国 カリフォルニア州  
 94539 フリーモント クローフォード  
 ストリート 13-46722

(72)発明者 キース カドクラ  
 アメリカ合衆国 カリフォルニア州  
 95014 クーパーティノ ヴァイ アベニ  
 ュー 21379  
 (72)発明者 ジョン コ イエン チェン  
 アメリカ合衆国 カリフォルニア州  
 95030 モンテ セレノ グレゴリー ブ  
 レイス 18225  
 (72)発明者 ティン ジョセフ ユーエン  
 アメリカ合衆国 カリフォルニア州  
 94538 フリーモント ネルソン ストリ  
 ート 4842

## 【外国語明細書】

## 1. Title of Invention

## Magnetic Alloy and Method for Manufacturing Same

## 2. Claims

## 1. A magnetic recording media, comprising:

a non-magnetic substrate;

a nucleation layer, formed directly or indirectly on said non-magnetic substrate, comprising a compound of Ni and P and at least one dopant selected from the group consisting of oxides and nitrides of Al, Hf, Si, Ta, Ti, and Zr;

a recording layer, formed on said nucleation layer, comprising a CoPt-based alloy and at least one segregant compound selected from the group consisting of oxides and nitrides having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol., such that the CoPt-based alloy predominantly forms single crystallite magnetic grains of uniform size, said single crystallite magnetic grains having grain boundaries, and further such that said segregant compound is disposed at least primarily at said grain boundaries;

said recording layer further comprising a low solubility element selected from the group consisting of nitrogen and oxygen such that said low solubility element is disposed primarily at the boundaries of the magnetic grains;

said magnetic recording media exhibiting a coercivity of at least 1500 Oe, a coercive squareness and remanent coercive squareness of at least 0.8 each, and a switching field distribution of less than 0.2.

2. The magnetic recording media of claim 1, wherein said single crystallite magnetic grains are of a mean diameter of  $500\text{\AA}$  or less.
3. The magnetic recording media of claim 2, wherein said single crystallite magnetic grains are spaced apart by a minimum distance of  $5\text{\AA}$  and by a maximum distance of  $50\text{\AA}$ , the grain spacing having a standard deviation of less than  $\pm 10\text{\AA}$ .
4. The magnetic recording media of claim 2, wherein said single crystallite magnetic grains are spaced apart by a mean distance of  $20\text{\AA} \pm 10\text{\AA}$ .
5. The magnetic recording media of claim 4, wherein a layer of insulating material having a thickness of at least  $10\text{\AA}$  is disposed between pairs of adjacent single crystallite magnetic grains.
6. The magnetic recording media of claim 1, wherein the platinum content of the recording layer is less than or equal to 14 at.%, and the Mrr of the recording layer is  $2.5\text{ memu/cm}^2$ .
7. The magnetic recording media of claim 1, wherein the platinum content of the recording layer is less than 18 at.%, and the Mrr of the recording layer is  $1.0\text{ memu/cm}^2$ .

8. The magnetic recording media of claim 7, wherein the mean diameter of the single crystallite magnetic grains is less than 100 Å.
9. The magnetic recording media of claim 1, wherein the dopant content of the nucleation layer is less than 10%.
10. The magnetic recording media of claim 9, wherein the compound of Ni and P of the nucleation layer contains nitrogen in an amount less than 10%.
11. The magnetic recording media of claim 9, wherein the compound of Ni and P of the nucleation layer contains oxygen in an amount less than 10%.
12. The magnetic recording media of claim 1, wherein the media includes only a single magnetic recording layer.
13. The magnetic recording media of claim 1, wherein the segregant compound is selected from the group consisting of oxides and nitrides of As, Co, Cr, Dy, Gd, La, Lu, Ni, Os, Pm, Ru, Re, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Ta, Tb, Th, Ti, Tm, U, V, W, Y, and Zr having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol.

14. A vacuum deposition target of the type used for sputter deposition of a nucleation layer material onto a substrate, comprising the mixture of a compound of Ni and P with at least one dopant selected from the group consisting of oxides and nitrides of Al, Hf, Si, Ta, Ti, and Zr, and inevitable impurities.

15. A vacuum deposition apparatus of the type including the vacuum deposition target of claim 14, further comprising a vacuum deposition target used for sputter deposition of a magnetic recording layer material, comprising a CoPt-based alloy and at least one segregant compound selected from the group consisting of oxides and nitrides having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol., and inevitable impurities.

16. The vacuum deposition apparatus of claim 15, wherein the segregant compound is selected from the group consisting of oxides and nitrides of As, Co, Cr, Dy, Gd, La, Lu, Ni, Os, Pm, Ru, Re, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Ta, Tb, Th, Ti, Tm, U, V, W, Y, and Zr having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol.

17. A magnetic recording media for magnetically storing data, comprising:  
a non-magnetic substrate;  
an electroless plated NiP layer formed directly on said substrate having a thickness between 5 to 15  $\mu\text{m}$  to which a selected texture has been applied;  
a sputtered amorphous nucleation layer formed directly on said electroless plated NiP layer, said nucleation layer of a thickness between 5 and 100 nm.

comprising a mixture of  $\text{Ni}_3\text{P}$  and less than 10 wt. % of at least one dopant selected from the group consisting of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{TiO}_2$ , said nucleation layer comprising grains having a mean diameter between 50 and 500 Å which are separated by a mean distance of less than 50 Å;

a sputtered magnetic recording layer formed directly on said nucleation layer, said recording layer comprising an alloy of Co, Pt, and at least one element selected from the group consisting of B, Cr, Ni, Ta, and Ti, said recording layer comprising grains whose size and spacing are determined by the size and spacing of the grains of said nucleation layer, the grains of said recording layer having a mean diameter between 50 and 500 Å which are separated by a mean distance of less than 50 Å, each grain having a boundary and being substantially surrounded at said boundary by an insulating material of thickness less than 50 Å, said insulating material being selected from the group consisting of  $\text{CoO}$  and  $\text{SiO}_2$ , said recording layer further comprising a nitride of at least one element, if said element is otherwise present in said recording layer, selected from the group consisting of Co, B, Cr, Ni, Ta, and Ti; and

a sputtered protective overcoat layer formed directly on said recording layer of thickness less than 300 Å comprised a material selected from the group consisting of hydrogenated carbon and  $\text{ZrO}_2$ .

18. A method of manufacturing a magnetic recording media of the type exhibiting a coercivity of at least 1500 Oe, a coercive squareness and remanent coercive squareness of at least 0.8 each, and a switching field distribution of less than 0.2, comprising the steps of:

providing a vacuum deposition system having a partial pressure of  $H_2O$  of less than  $5.0 \times 10^{-5}$  Torr and an inert gas pressure of less than  $20 \times 10^{-3}$  Torr;

introducing into the vacuum deposition system a contributant gas in an amount of at least 0.5 vol.%;

introducing a non-magnetic substrate into the vacuum deposition system;

depositing directly or indirectly onto the non-magnetic substrate a nucleation layer comprising a compound of Ni and P and at least one dopant selected from the group consisting of oxides and nitrides of Al, Hf, Si, Ta, Ti, and Zr; and

depositing onto the nucleation layer a recording layer, formed on said nucleation layer, comprising a CoPt-based alloy and at least one segregant compound selected from the group consisting of oxides and nitrides having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol., such that the CoPt-based alloy predominantly forms single crystallite magnetic grains of uniform size, said single crystallite magnetic grains having grain boundaries, and further such that said segregant compound is disposed at least primarily at said grain boundaries;

wherein elements of said contributant gas are introduced from the vacuum deposition system into the recording layer predominantly at the boundaries of the magnetic grains.



19. The method of claim 18, wherein the contributant gas is a gas selected from the group consisting of O, N, CO, CO<sub>2</sub>, NO, N<sub>2</sub>O.

20. The method of claim 18, further comprising the step of introducing a selected amount of H<sub>2</sub>O into the vacuum deposition system such that the H<sub>2</sub>O partially decomposes and serves as a source of elemental oxygen, and further such that said recording layer is formed to incorporate said element oxygen at the boundaries of the magnetic grains.

21. The method of claim 18, wherein the vacuum deposition of said nucleation and said recording layers comprises sputtering from sputtering targets, and further wherein the sputtering target from which the recording layer is sputtered has segregant added thereto, and further said sputtering target from which the recording layer is sputtered has an oxygen content of below 2000 ppm before said addition of segregant.

22. The method of claim 18, wherein the segregant compound is selected from the group consisting of oxides and nitrides of As, Co, Cr, Dy, Gd, La, Lu, Ni, Os, Pm, Ru, Re, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Ta, Tb, Th, Ti, Tm, U, V, W, Y, and Zr having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol.

23. A magnetic recording media formed by the method of claim 18.

### 3. Detailed Description of Invention

#### FIELD OF THE INVENTION

The present invention relates generally to the manufacture of magnetic recording media used in rigid disc drives commonly used for computer data storage. In particular, the present invention is a method for vacuum deposition of a magnetic alloy onto a substrate in an extremely dry (i.e., low partial pressure of water) environment and under low argon pressure, on a specified nucleation layer with the addition of a selected segregant and a contributant gas to maintain the requisite high squareness and simultaneously lowest noise achievable in simple sputtering process.

#### BACKGROUND

Recording performance for magnetic disks is commonly determined by three basic characteristics -- PW50, overwrite (OW), and noise. PW50 is the pulse width of the bits at half-maximum, expressed in either time or distance. A narrower PW50 allows for higher recording density, while a wide PW50 means

that the bits are crowded together, resulting in adjoining bits interfering with one another. This interference is termed inter-symbol interference. Excessive inter-symbol interference limits the linear packing density of bits in a given track, hence reducing the packing density in a given area, and hence limiting the recording capacity of the magnetic media.

One means of reducing PW50 is to reduce the thickness of the magnetic layer of the media (the media being comprised of at least a substrate, a magnetic layer, an overlayer, and possibly additional layers). Another means of reducing PW50 is to increase hysteresis loop squareness ("S", including coercivity squareness "S\*" and remanent coercivity squareness "S\*rem"), and narrow the switching field distribution ("SFD"), as described by William and Comstock in "An Analytical Model of the Write Process in Digital Magnetic Recording," A.I.P. Conf. Proc. Mag. Materials 5, p. 738 (1971). Yet another means for reducing the PW50 is to increase the coercivity ("Hc") of the media.

Overwrite ("OW") is a measure of the ability of the media to accommodate overwriting of existing data. That is, OW is a measure of what remains of a first signal after a second signal (for example of a different frequency) has been written over it on the media. OW is low, or poor when a significant amount of the first signal remains. OW is generally affected by the coercivity, the squareness, and the SFD of the media. For future high density recording, higher Hc media will be preferred. However, gains in Hc are generally accompanied by losses in OW. Thus, there is a need in the art to improve the S\* and the SFD to obtain improvements in OW.

Noise performance of a magnetic film is typically defined in terms of read jitter and write jitter. Read jitter is primarily determined by the amount of signal available from a bit, and the electronic noise in the channel. A thicker magnetic film will typically provide reduced read jitter. Unlike read jitter, write jitter is determined by the intrinsic noise of the film. Intrinsic media noise has been theoretically modeled by Zhu et al. in "Micromagnetic Studies of Thin Metallic Films", J. Appl. Phys., vol. 63, no. 8, p. 3248 (1988), which is incorporated by reference herein. Chen et al. describe the source of intrinsic media noise in "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media," IEEE Trans. Mag., vol. 24, no. 6, p. 2700 (1988), which is also incorporated by reference herein. The primary source of intrinsic noise in thin film media is from interparticle exchange interaction. In general, a higher interparticle exchange results in higher  $S^*$  and lower SFD due to the co-operative switching of magnetic grains. However, a high exchange interaction results in high noise.

The noise from interparticle exchange interaction can be reduced by isolating the individual particles (grains). This may be accomplished by physically spacing the grains apart from one another as described by Chen et al. in the aforementioned "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media". The amount of separation need be only a few angstroms for there to be a significant reduction in interparticle exchange interaction.

There is another interparticle interaction, called magnetostatic interaction, which acts over a much greater distance between particles as compared to the exchange interaction. Reducing the magnetostatic interaction does reduce

intrinsic media noise slightly. However, the effects of magnetostatic interaction actually improve hysteresis loop squareness and narrow the switching field distribution (but to a lesser extent than the exchange interaction), and hence improve PW50 and OW. Therefore, magnetostatic interaction is generally desirable and hence tolerated.

In order to obtain the best performance from the magnetic media, each of the above criteria -- PW50, overwrite, and noise -- must be optimized. This is a formidable task, as each of these performance criteria are inter-related. For example, obtaining a narrower PW50 by increasing the  $H_c$  will adversely affect overwrite, since increasing  $H_c$  degrades overwrite. A thinner media having a lower remanent magnetization-thickness product (" $Mrt$ " where  $M_r$  is the remanent magnetization and  $t$  is thickness of the magnetic layer) yields a narrower PW50 and better OW, however the read jitter increases because the media signal is reduced. Increasing squareness of the hysteresis loop contributes to narrower PW50 and better OW, but may increase noise due to interparticle exchange coupling and magnetostatic interaction. Since it is a known goal to reduce or eliminate interparticle exchange coupling, the amount that PW50 may be narrowed and OW improved has heretofore been limited by the increase in tolerable noise level arising from the magnetostatic interaction of the media.

Therefore, an optimal thin film magnetic recording media for high density recording applications, i.e., that can support high bit densities, will require low noise without adversely sacrificing PW50 and OW. Recording density can then be increased since bit jitter is reduced. One type of magnetic media which has allowed optimizing certain of the above performance criteria is based on alloys of

cobalt (Co) and platinum (Pt), due to the alloys' ability to provide high Hc and high magnetic moment.

The media noise of CoPt based alloys can be reduced by a number of different approaches, but as described in the following, these methods suffer from loss of hysteresis loop squareness (i.e., lower  $S^*$  and higher SFD), increased PW50, decreased OW, and other disadvantages. One such approach teaches about deposition of the magnetic alloy by sputtering in a high argon pressure environment, as has been described by Chen et al. in the aforementioned "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media". Basically, the application of high argon pressure results in isolated, exchange decoupled grains. Although the media noise is reduced,  $S^*$  and OW decreased, and SFD increased resulting in an increase in PW50.

In another approach, in order to decrease the media noise, it is known to introduce oxygen into the magnetic film in a concentration of 5 to 30 atomic percent (at %), as taught by Howard et al. in U.S. Patent no. 5,066,552, (see also Howard et al.'s U.S. Patent no. 5,062,938, which teaches oxidizing the magnetic grains after growth). Howard et al. teach the formation of a magnetic layer by vacuum sputtering in an argon atmosphere into which oxygen has been introduced. Oxygen is therefore introduced into the magnetic layer from the sputtering environment. However, as pointed out by Howard et al. in said patent, introducing oxygen decreases both Hc and  $S^*$ .

There are a number of disadvantage to the approaches taught by Howard et al. ('938) First, the additional step of oxidizing a sputtered layer after depositing an impurity adds to the manufacturing complexity and cost. Second, Howard et

al. teaches nothing about controlling the formation of the oxides. Third, Howard et al. teaches nothing about controlling the grain size and grain uniformity.

Yet another approach is to make granular films having grains of magnetic alloys containing  $\text{SiO}_2$ . Details about these films have been described by C. L. Chien et al. in "Magnetic Granular Fe- $\text{SiO}_2$  Solids", *J. Appl. Phys.*, 61(B), p. 3311 (1987), and S. H. Liou et al. in "Granular Metal Films a recording Media", *Appl. Phys. Lett.*, 52(8), p. 512 (1988). Essentially, these researchers were depositing Fe- $\text{SiO}_2$  either by co-sputtering or by using composite targets and the magnetic films were deposited without underlayers. The values for  $H_c$  of around 1100 Oe and for squareness of around 0.6 were obtained. These values are unacceptably low for high density recording applications.

Similarly, addition of  $\text{SiO}_2$  has been exploited by Shimizu et al. as described in "CoPtCr Composite Magnetic Thin Films", *IEEE Trans. Mag.*, vol. 28, no. 5, page 3102 (1992), and its companion patent applications: European Patent Application 0 531 035 A1, published March 10, 1993, and Japanese Patent Application 5-73880, published March 23, 1993. Specifically, lower media noise and higher in-plane coercivity were noted with an introduction of approximately 10% by volume (vol.%)  $\text{SiO}_2$ . The  $S^*$  of these films were generally around 0.6, as discussed in the aforementioned paper of Shimizu et al. Thus, although media including  $\text{SiO}_2$  showed lower media noise and higher  $H_c$ , the squareness obtained was again too low to meet the requirements for high density recording. It should also be noted that Shimizu et al. required approximately 17-18 at.% of Pt in the alloys. Such high percentage of Pt significantly increases the manufacturing cost of such media (although for media designed for use with magneto-resistive heads, e.g., having an Mrt of about 1.0 memu/cm<sup>2</sup>, a higher platinum content, such as

18%, may be required to maintain  $H_c$ ). Furthermore, it should be noted that Shimizu et al. achieved a peak  $H_c$  of 1700 Oe, an unacceptable limit for future high density recording applications.

Another approach, as discussed in Japanese Patent Application 5-197944, published August 6, 1993 (Murayama et al.) is use of  $SiO_2$  for increased  $H_c$  while sputtering in the presence of a broad range of  $N_2$ , for example 0.1 to 10% on a NiP under layer. Lower media noise was obtained, but at the cost of decreasing  $S^*$  as the percentage of  $SiO_2$  increased. Thus, lower media noise was obtained at the cost of increasing PW50 and OW. Additional teachings relating to  $SiO_2$  may be found in U.S. patents 4,837,094 to Kudo (teaching an amorphous alloy) and 4,769,282 to Tada et al. (teaching an alloy including rare earth elements). Importantly, all of the references to  $SiO_2$  teach alloying or admixing the  $SiO_2$  with the magnetic film constituents, as opposed to depositing  $SiO_2$  and the magnetic film constituents under conditions such that there is co-deposition but only minimal alloying of the  $SiO_2$  with the magnetic film material.

There are a number of disadvantages to the alloying or admixing of impurities, for example as taught by Shimizu et al. First, the addition of an impurity material (e.g., up to 30 vol.%  $SiO_2$  by Shimizu et al.) results in a decrease in  $M_s$  and hence a decrease in  $M_r$ . Therefore, the thickness of the magnetic layer must be increased to maintain sufficient  $M_r$ . This is undesirable because an increase in film thickness is generally accompanied by an increase in space loss between the head and the media, which results in a larger PW50 and worse OW. Second, the sputtering process is made more complex and more costly by the requirement that additional materials be sputtered. Third, the



alloyed or admixed impurity does nothing to increase grain isolation to thereby reduce exchange coupling induced noise.

Murdock et al. in "Noise Properties of Multilayered Co-Alloy Magnetic Recording Media", IEEE Trans. Mag., vol. 26, p. 2700-2705 (1990) teach deposition of multiple layers of magnetic material isolated from each other by layers of nonmagnetic material to reduce media noise. It is theorized that grain size and distribution may be relatively controlled several grains in thickness above an under layer. As a film grows thicker, the grains tend to vary in size and position. Thus, Murdock et al. teach controlling grain size and spacing by deposition of an under layer, forming a thin magnetic layer thereon several grains in thickness, forming on this magnetic layer another under layer, forming on that under layer another thin magnetic layer, and so on. Although media noise is reduced due to smaller isolated grains, the SFD is increased and the squareness is reduced due to a difficulty in matching the  $H_c$  of the individual layers.

Moreover, the grain size of the thinner magnetic layers may be reduced so much that the magnetic grains may become superparamagnetic, resulting in a dramatic decrease in  $H_c$ . Manufacturing of such multilayered films is also very difficult and requires additional process chambers over current equipment requirements. In addition, special attention is needed to design the manufacturing process to minimize oxidation of thinner magnetic layers. Thus, although the multi-layer approach does teach a method for reducing media noise, the squareness degrades and the process is difficult and expensive.

Currently, there are recognized limits on the ability to obtain high squareness and low media noise simultaneously. This is especially true with

regard to isotropic media. This problem has lead to compromises in the values of the magnetic performance parameters, ease and cost of manufacturing, etc., for longitudinal recording media for high recording density. See, for example, Yogi et al., "Longitudinal Media for 1 Gb/in<sup>2</sup> Areal density", IEEE Trans. Mag., vol. 26, page 2271 (1990). Therefore, there is at present a need in the art for a method of reducing media noise without compromising other media performance characteristics such as high coercivity, high squareness (high  $S^*$  and lower SFD), high SNR, high overwrite, and low PW50. This is becoming crucial for high density applications as recording densities approach (or exceed) 10 Gb/in<sup>2</sup>.

#### Summary of the Invention

The present invention solves the problems and needs of the art by providing a magnetic recording media, and method for manufacturing same, such media having high coercivity and high hysteresis squareness and optimized to provide superior magnetic recording parameters such as PW50, intrinsic media noise, bit shift, and OW in high density applications. The method of manufacturing such media comprises a system of vacuum deposition operating conditions and steps which yield such an optimized media.

Control of grain growth and structure is a key aspect of the present invention. Media according to the present invention is comprised of individual magnetic grains which are isolated from one another by a solid segregant and which have a controlled size and spacing. This media will typically exhibit coercivity squareness and remanent coercivity squareness of at least 0.8 each, a switching field distribution of less than 0.2, and a coercivity of at least 1500 Oe (with a minimum required Pt content), while simultaneously providing the lowest

media jitter noise for optimum magnetic performance. The media exhibits a high degree of in-plane anisotropy. Therefore, this media is ideally suited for current and future high storage density applications such as use with magneto-resistive heads.

Results of our research indicate that the basic unit of thin film magnetic recording media is a grain, which is comprised of one or more individual crystals. The crystals within a grain exhibit high exchange coupling, so that the magnetic moments of the grains are perfectly aligned with one another. We have found that in order to minimize intrinsic media grain noise while maintaining high hysteresis squareness each grain should be comprised predominantly of a single crystallite and be of small size, and that all grains should be of a uniform size. In addition, we have found that the grains should be uniformly spaced apart from one another by an isolating material to completely eliminate exchange coupling and reduce write related jitter noise attributed thereto.

On top of the dominant contribution of exchange coupling and minor contribution of magnetostatic interaction to the write jitter noise, we have discerned a third contribution related to grain size. The noise contribution from grain size (herein called "grain noise") is a consequence of the formation of transition boundaries along grain boundaries. Consequently, large grains or clusters of non-separated grains produce a more jagged, or zig-zag grain boundary line, and thus a more jagged, or zig-zag transition boundary than small grains. The jaggedness of the transition boundaries results in grain noise. For future high recording densities, as bit size decreases, the contribution of the grain size to write jitter noise will play a very important role. Thus, the ability to

provide uniformly small grain size is an important aspect of the present invention.

The results of our research further indicate that use of a proper nucleation layer beneath the recording layer is critical to obtaining the uniform grain size and spacing necessary for high coercivity squareness and low noise. The function of this nucleation layer is to provide nucleation sites to which individual magnetic grains will adhere. The grain size and spacing are significantly dictated by the initial growth conditions. Since magnetic grains will form at nucleation sites, controlling the size of each nucleation site and the spacing between adjacent nucleation sites will provide the facility for controlling the grain growth characteristics of size and spacing. In addition, proper control of the size and spacing of the magnetic grains provides a method for optimizing the segregation of segregant material (discussed below) at the magnetic grain boundaries.

Accordingly, it is important to distinguish between an undoped under layer, which may or may not provide nucleation sites, and a nucleation layer. An undoped under layer does not necessarily provide the aforementioned nucleation sites, and certainly is not optimized for subsequent magnetic grain growth. Thus, the layers of material such as undoped NiP taught by the prior art will be referred to as under layers, while layers such as compounds of Ni and P alloyed with selected dopants, such as certain oxides or nitrides, as taught by the present invention, will be referred to as nucleation layers. The laid open Japanese Patent Application 5-73880, and its EPO equivalent discussed above (Shimizu et al.) and laid open Japanese Patent Application 5-197944 (Murayama et al.) each discuss use of an underlayer, but fail to suggest or even recognize the importance of the grain growth mechanism provided by a nucleation layer. In fact, Shimizu et al.

generally set about to form their magnetic media without use of any type of under layer and Murayama et al. focuses on the addition of  $\text{SiO}_2$  to the recording layer material to overcome the limited benefit provided by an NiP under layer.

In accordance with the present invention, the nucleation layer will typically be a compound of Ni and P to which is added a dopant, for example up to 10 percent by weight (wt.%) (sputtered from a common or separate sputter targets). The nucleation layer will typically be amorphous, crystalline or a mixed phase structure. Each grain of the nucleation layer is defined by a boundary. The dopants are typically selected from the group consisting of oxides and nitrides of Al, Ti, Hf, Zr, Si, and Ta. One specific nucleation layer is comprised of  $\text{Ni}_3\text{P}$  together with 2 wt.%  $\text{TiO}_2$ . Other typical examples for the nucleation layer include  $\text{Ni}_3\text{P}$  alloyed together with 2%, 3% or 4%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . While a compound of Ni and P together with a dopant is one example of a nucleation layer composition, we believe that oxide or nitride doped elements or compounds other than NiP will also provide the desired results.

We have also discovered certain deposition conditions which are critical to obtaining media with optimized magnetic parameters. For example, we have discovered that maintaining a low partial pressure of  $\text{H}_2\text{O}$  in the deposition system yields a significant reduction in grain "clustering." The presence of  $\text{H}_2\text{O}$  in the system appears to result in oxidation of the grains. This oxidation results in a grain constituted of several crystallites clustered together. These clusters exhibit non-uniform switching during magnetization reversal, resulting in poor squareness and higher intrinsic grain noise. Importantly, the low partial pressure of  $\text{H}_2\text{O}$  must be maintained during the sputtering process - referred to herein as steady state partial pressure. We have found that an  $\text{H}_2\text{O}$  partial pressure of less

than  $5 \times 10^{-5}$  Torr, and preferably less than  $1.2 \times 10^{-5}$  Torr, as monitored by residual gas analysis (RGA), is preferred during deposition. Once again, the prior art such as Shimizu et al., Howard, and Murayama et al. each fail to recognize the importance of controlling the partial pressure of  $H_2O$ .

In addition, we have also found that deposition of the magnetic film at relatively low argon sputtering pressures results in predominantly single crystal grains. For example, a sputtering pressure of 20 mTorr or lower in an RF or RF/DC sputtering system significantly reduces the clustering of the magnetic crystallites and enhances the uniformity of particle size and distribution.

We have also discovered that although a dry ambient and high vacuum condition provides uniform grain structure having minimal clustering, these conditions generally change the initial growth mechanism of the magnetic alloy, resulting in more columnar growth structures which favor the out of plane c-axis (easy axis of magnetization). Such media is not well suited for longitudinal recording. According to the present invention, a known amount of what is referred to herein as a contributant gas, examples of which include  $N_2$ ,  $O_2$ ,  $NO$ ,  $N_2O$ ,  $CO$ , and  $CO_2$ , is introduced during sputtering of the media, in a dry ambient and a high vacuum, to ensure the initial growth conditions which result in a predominantly in-plane anisotropy and to simultaneously facilitate the crystal grains growing separately from each other with a large angle grain boundaries. In addition, the squareness  $S^*$  of the magnetic media is further enhanced to greater than 0.8, by adding an optimum amount of the contributant gas to the sputtering system during deposition. It should be noted that the exact percentage of contributant gas added to the sputtering environment depends ultimately on the

type of contributant gas used, the magnetic alloy (and purity of the target), the composition of the underlayer, and the vacuum condition.

In addition, the magnetic recording media is manufactured by a deposition technique in which a nonmagnetic segregant material, such as an oxide or nitride of As, B, Ce, Co, Cr, Dy, Gd, Ho, La, Lu, Ni, Os, Pm, Ru, Re, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Ta, Tb, Th, Ti, Tm, U, V, W, Y, or Zr, is deposited together with the magnetic material. In a single deposition step, without post deposition treatment, the segregant material must uniformly diffuse to the grain boundaries to provide sufficient isolation between grains without adversely affecting the intrinsic magnetic properties such as magnetization and coercivity. In order to accomplish this, the segregant material is insoluble in the magnetic alloy, and is thermodynamically stable. The stability of these insoluble compounds are determined based on their bond strength, which should be at least greater than 90 Kcal/mol.

While the concentration of the segregant material in the deposited media must be sufficient to completely separate each individual magnetic grain at the grain boundaries (thereby minimizing media noise from intergranular exchange coupling), there is an upper limit to the amount of segregant which can be incorporated in the magnetic film. This upper limit is a function of the decrease in coercivity, a decrease in saturation magnetization, and/or squareness caused by the addition of segregant material. Typically, a target coercivity and/or squareness will be identified, and the amount of segregant will be selected such that the coercivity and/or squareness are maintained at or above their target values. Typically, the amount of segregant material added will be at about or below 10 molar percent (mol.%). Importantly, however, in order that the

segregant materials segregate to the grain boundaries of each magnetic grain, the aforementioned mechanisms which cause clustering of the magnetic grains and crystals must be suppressed, and the large grain boundaries must be provided to facilitate segregation.

The effects of the introduction of the segregant and contributant gas in a dry sputtering environment according to the present invention are greatly enhanced by employing the aforementioned nucleation layer under the magnetic layer. We have found that in order for the segregant to be effectively segregated at the grain boundaries in a dry sputtering environment and low argon pressure, the deposited magnetic film must be provided with large grain boundaries at an initial stage of grain growth. Selection of the proper nucleation layer provides the requisite large grain boundaries, while simultaneously providing control over grain size and grain spacing. Therefore, growth of the magnetic recording layer on an appropriate nucleation layer is critical to (a) facilitate the introduction of segregant at the grain boundaries, (b) control the grain size, and (c) control the grain spacing in the magnetic recording layer.

In addition, we have found that the introduction of a controlled amount of a selected contributant gas, such as nitrogen, oxygen, CO, CO<sub>2</sub>, etc., in addition to providing in-plane anisotropy, provides an enhanced grain separation at the initial stages of grain growth. Thus, the presence of such a contributant gas facilitates the introduction of the segregant material at the grain boundaries.

The resulting additional material such as the stable insoluble compound in the magnetic layer and sputtering conditions have a minimal impact on the magnetic layer's saturation magnetization  $M_s$  and magnetic remanence  $M_r$ . High



remnant squareness is achieved, and hence there is minimal impact on the overall thickness of the magnetic layer. Importantly, exchange coupling induced noise can be completely suppressed by the introduction of the segregant material and other steps of the present invention. Simultaneously, a high coercivity, for example 1500 Oe or greater, and high coercivity squareness and remnant coercivity squareness, for example greater than 0.8 each, are obtained.

Therefore, a greatly improved media which is best suited for future high density recording applications is provided by sputtering a magnetic recording layer containing a segregant material onto a doped nucleation layer in a dry sputtering environment at a low sputtering pressure in the presence of a contributant gas. The resulting magnetic layer exhibits predominantly single crystallite grains of small and uniform size which are uniformly spaced apart from one another by the segregant material at the grain boundaries. The method of the present invention provides control over the resulting media's recording performance characteristics, and adds little additional complexity or cost to an existing sputtering process.

#### Detailed Description

Fig. 1 is a cross section (not to scale) of a typical rigid thin-film magnetic disk 10 constructed in accordance with the present invention. A general description of the complete disk 10 will be presented below, followed by a detailed description of certain of the layers thereof and the methods and conditions for their deposition. Finally, a detailed description of several examples will be presented to highlight various of the important aspects of the present invention.

Disk 10 consists of an aluminum alloy substrate 11 onto which a plated layer 15, typically of NiP, is formed by electroless plating or other methods well known in the art. Layer 15 typically has a thickness in the range of 5 to 15  $\mu\text{m}$ .

The plated layer 15 of NiP provides strong mechanical support on the relatively soft aluminum substrate 11. After layer 15 is plated onto substrate 11, the disk is polished, textured, and cleaned. Although the embodiment detailed herein employs an aluminum substrate, media based on other substrate materials such as glass, Memcor (a Trademark for a Corning proprietary glass ceramic material), carbon-based materials, silicon, titanium, stainless steel, etc., are equally within the contemplation of the present invention.

A nucleation layer 16, described in further detail below, is then deposited onto layer 15. Sputtering is the preferred method of depositing nucleation layer 16, although other methods of deposition may accomplish the desired goal of formation of this layer. Typically, sputtered nucleation layer 16 is in the range of 5 to 100 nm thick.

A recording layer 18 comprising a magnetic alloy and an insoluble "stable" segregant material, described in further detail below, is then deposited on nucleation layer 16. Again, sputtering is a preferred method for deposition of this layer, although other techniques are available to accomplish the goal of deposition of this layer.

Finally, a protective over layer 20 of a type known in the art, e.g., of hydrogenated carbon, or oxides such as  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ , etc., or nitrides such as  $TiN$ ,  $ZrN$ , etc., or carbides such as  $TiC$ ,  $SiC$ , etc., of a thickness for example less than 300Å, and a lubricant layer 22 of a type known in the art, e.g., a solid or liquid lubricant, are applied over layer 18. Details of the protective over layer 20 and lubricant layer 22 are beyond the scope of the present invention, and therefore are not discussed in detail herein.

In one embodiment of the present invention layers 16, 18, and 20 were sputtered in an in-line sputtering apparatus 30 of the type schematically shown in Fig. 2. Apparatus 30 includes a chamber 32 into which a substrate 11 is placed. Substrate 11 is mechanically coupled to a disk pallet carrier for example as described in U.S. Patent 5,244,555 (Allen et al.) which moves substrate 11 past first, second, and third pairs of targets 34a, 34b, 36a, 36b, 38a, and 38b for double sided sputtered media. Targets 34a and 34b are used to sputter nucleation layer 16 onto substrate 11, and targets 36a and 36b are thereafter used to sputter recording layer 18 onto nucleation layer 16. Each of these pairs of targets will be discussed in further detail below. Targets 38a and 38b are thereafter used to sputter over layer 20 onto layer 18.

Apparatus 30 also includes gas sources 40, 42, and 44 for introducing selected gases such as argon, krypton, etc., into the vicinity of targets 34a and 34b, 36a and 36b, and 38a and 38b respectively. Gas evacuation pumps 54, 56, and 58 are provided to remove gas from the vicinity of targets 34a and 34b, 36a and 36b, and 38a and 38b respectively.

In order to achieve the specific goals of the present invention, a CoPt-based magnetic alloy is deposited together with an insoluble segregant material from targets 36a and 36b. In one embodiment, the CoPt is alloyed with Ni. In this embodiment, the platinum concentration is between about 5 and 20 at.%, the nickel and/or chromium concentration is up to about 15 at.%, and the cobalt concentration is greater than about 75 at.%. In another embodiment, the CoPtNi is alloyed with Ta and/or Ti in a concentration of about 10 at.% or less. Cr may also be introduced, for example in a concentration up to about 3 at.%. Media

having this type of recording layer is disclosed in further detail in applicant's co-pending U.S. patent application serial number 08/188,954, which is incorporated by reference herein.

As has been described, a primary source of media noise is intergranular exchange coupling. As discussed by Chen et al. in the aforementioned "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media," one method of reducing coupling noise is to isolate the grains of the recording layer from one another. This is the role of the insoluble segregant material. Various materials, such as oxides and nitrides of As, B, Ce, Co, Cr, Dy, Gd, Ho, La, Lu, Ni, Os, Pm, Ru, Re, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Ta, Tb, Th, Ti, Tm, U, V, W, Y, and Zr are effective for grain isolation. The selection criteria for the segregant material is that firstly, it should be relatively insoluble in the magnetic alloy such that it segregates to the grain boundaries, and secondly, it should be stable as determined by the binding energy of the compound which should be greater than at least 90 Kcal/mol. for  $D_{298}^{\circ}$  (as described in the Handbook of Chemistry and Physics, 69th ed., CRC Press, 1988-89). For a more detailed discussion of CoO and other related segregant materials, the aforementioned U.S. patent application serial number 08/223,636. It should be noted that in the following description and associated figures, CoO and SiO<sub>2</sub> are used as examples of the insoluble "stable" segregant. However, one or more of many such insoluble "stable" segregants are within the contemplation of the present invention.

The alloy comprising recording layer 18 may also include other elements selected from the group consisting of B, P, C, N, Zr, Hf, V, W, Re, and Si. One or more of these elements may be selected to optimize one or more of the

performance parameters of the recording layer, and the specifics of the selection criteria are beyond the scope of the present invention. In general, however, the sum of the Ta, Ti, Cr, and/or other elements listed above should not exceed about 20 at. % of the total alloy so as to maintain high Ms. As will be appreciated by one skilled in the art, the exact amounts of the various constituents may be adjusted, above or below the cited ranges, in order to optimize one or more attributes of the resulting media. Furthermore, the CoPt-based alloy and the segregant material may be deposited from a single sputtering target or separate sputtering targets (co-sputtered) as appropriate.

As previously stated, optimal recording performance may be obtained when the grains comprising the recording layer are uniform in size and uniformly spaced apart by segregant material. This is illustrated in Fig. 3. In fact, we have found that it is extremely important that each of the magnetic grains 70 should be a single crystallite of nearly identical size, uniformly isolated from one another by insulating material 72 to break intergranular exchange. For future high density recording applications, for example 10 Gb/in<sup>2</sup>, the maximum allowable write jitter is expected to be on the order of only 4 to 10 nm. We believe that grain size of media for such applications will be as small as 100 Å or smaller. Thus, we have discovered that in order to achieve performance targets for such media, the individual grains 70 must be uniformly isolated by between about 5 to 50 Å, with a standard deviation of spacing equal to or less than about 10 Å, preferably 20 Å  $\pm$  10 Å, with an insulating material 72 of a thickness around 10 Å disposed between grains to eliminate the exchange interaction yet support the highest write density. Media having such a recording layer will exhibit the highest possible squareness while maintaining the lowest possible media noise, as required for future high recording density applications.

We have discovered that one requirement for obtaining such a recording layer is that the recording layer be formed on a specific nucleation layer 16. A nucleation layer affects the size and spacing of the magnetic grains formed thereupon, and facilitates the uniform distribution of the segregant between the grains to provide the necessary isolation to minimize or prevent intergranular exchange coupling for reduced noise and improved magnetic performance. To accomplish this, the nucleation layer should have a topology of discrete nucleation sites to which individual grains will adhere.

Therefore, the nucleation layer should be sufficiently thick (for example, about 100Å or thicker) to uniformly and completely cover the substrate surface (to eliminate, for example, residual effects from cleanlines, etc.), yet not so thick as to cause the degradation of the desired grain size, distribution, and uniform separation provided by the nucleation sites. A cross section of such a microstructure of a magnetic disk is shown in Fig. 4, in which nucleation layer 16, consisting of discrete nucleation sites 74, forms the foundation for recording layer 18, consisting of individual magnetic grains 76 with segregant material 78 dispersed therebetween.

Nucleation layer 16 should be a nonmagnetic material, preferably amorphous. We have performed numerous experiments on media with and without a nucleation layer, measuring coercivity as a function of the percentage of nitrogen gas introduced into the sputtering chamber (as discussed in detail, for example, in applicant's copending U.S. application serial number 08/189,088, which is incorporated herein by reference).

Fig. 5 shows the results of certain of these experiments. Initially, we measured the  $H_c$  of a recording layer 18 of the alloy  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_1\text{Ta}_3\text{Pt}_{12}$  (throughout the following, the subscripts represent the atomic percent of each element in the alloy, for example 12 at.% Pt, and the missing subscript denotes the balance of the alloy) having 4 mol.%  $\text{SiO}_2$  sputtered without a nucleation layer. The material was RF diode sputtered at about  $3.0\text{W}/\text{cm}^2$  and about 15 mTorr of argon from targets 36a and 36b (Fig. 2). The deposited recording layer 18 was approximately 25 nm thick. The results indicate that  $H_c$  reached a maximum of about 1050 Oe. While increasing coercivity may otherwise be accomplished by increasing the platinum content of the alloy and admixture of  $\text{SiO}_2$  as taught by Shimizu et al., the maximum coercivity obtained for this media having a magnetic layer thickness of about 500 Å (which we estimate has an  $M_{rt}$  of about  $2.25\text{ memu}/\text{cm}^2$ ) was 1700 Oe (and that result was obtained with 18% Pt and 10 vol.%  $\text{SiO}_2$ ). The present invention achieves much higher  $H_c$  with much less Pt (therefore dramatically reducing cost) and less  $\text{SiO}_2$  (therefore maintaining high  $M_s$ ).

Also shown in Fig. 5 are the measurements of  $H_c$  of the alloy  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_1\text{Ta}_3\text{Pt}_{12}$  having 4 mol.%  $\text{SiO}_2$  sputtered first on a nucleation layer of NiP doped with 2%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (generally denoted herein as NiP-2% $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and second on a nucleation layer of NiP-2% $\text{TiO}_2$ . The nucleation layer was approximately 38 nm thick, sputtered at 15 mTorr of argon gas from targets 34a and 34b (Fig. 2). As can be seen, coercivity of at or above 2000 Oe are achieved, using only 12 at.% platinum in the magnetic alloy. This results in an easily manufacturable high coercivity media without requiring the added expense of additional platinum.

Fig. 5 also shows measurement of Hc for  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_1\text{Ta}_3\text{Pt}_{12}$  plus 4 mol.%  $\text{SiO}_2$  alloy (generally denoted herein as  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_1\text{Ta}_3\text{Pt}_{12}\text{-4\%SiO}_2$ ) sputtered over a NiP nucleation layer as per the teachings of U.S. Patent no. 4,786,564 (Chen et al.) and subsequently also taught in Japanese Patent Application 5-197944 (Murayama). Although the NiP nucleation layer does enhance Hc over the media sputtered without a nucleation layer, the enhancement is much lower than that observed by using the oxide doped NiP nucleation layer ( $\text{NiP-2\%Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{NiP-2\%TiO}_2$ ). As will be discussed further below, Fig. 5 also shows a further enhancement in Hc by adding  $\text{N}_2$  to the sputtering gas.

Fig. 6 shows the Hc of a  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_1\text{Ta}_3\text{Pt}_{12}\text{-4\%SiO}_2$  media having an Mrt of  $2.25 \text{ memu/cm}^2$ , sputtered over an undoped NiP under layer of varying thickness and in the presence of  $\text{N}_2$  in the sputtering gas. The sputtering argon pressure was  $15 \mu\text{m}$ . As can be seen, although the Hc increases slightly with both increasing under layer thickness and percentage  $\text{N}_2$  in the sputtering gas, the maximum Hc for this media is below 1700 Oe. This media is therefore not optimized for high density recording applications. While the Hc alone of this media could be increased, either by raising the argon pressure during sputtering or by raising the Pt content of the alloy, there are disadvantages to both of these approaches (discussed below) which offset any gains in Hc.

Fig. 7 shows the Hc of  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_1\text{Ta}_3\text{Pt}_{12}\text{-4\%SiO}_2$  media having an Mrt of  $2.25 \text{ memu/cm}^2$  which was sputtered in nearly the exact same sputtering conditions (including an argon pressure of  $15 \mu\text{m}$ ) as the media shown in Figs. 5 and 6 except that a  $\text{NiP-2\%Al}_2\text{O}_3$  nucleation layer was used. As can be seen, use of the  $\text{NiP-2\%Al}_2\text{O}_3$  nucleation layer and  $\text{N}_2$  in the sputtering gas yields an extremely high Hc of about 2200 Oe, even at argon pressures as low as 15



mTorr. Comparing Figs. 6 and 7, it should be noted that the dramatic increase in  $H_c$  of 500 Oe obtained for this  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_1\text{Ta}_3\text{Pt}_{12}\text{-4\%SiO}_2$  media with a nucleation layer, as compared with media formed with merely an undoped under layer, is due primarily to the proper selection of the doped nucleation layer.

Fig. 8 shows the  $H_c$  of another alloy,  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_{1.5}\text{Ta}_{1.5}\text{B}_2\text{Pt}_{12}\text{-2\%CoO}$ , sputtered at an argon pressure of 15 mTorr, over varying thicknesses of an undoped NiP under layer, in the presence of 1.2%  $\text{N}_2$  in the sputtering gas. This media exhibited an Mrt of 2.5 memu/cm<sup>2</sup>. The  $H_c$  of the media increases with increasing thickness of NiP under layer. Compared to Fig. 6, the maximum achievable  $H_c$  in fig. 8 is about 200 Oe higher for identical sputtering conditions. We believe that this may be due to the difference in the magnetic alloys. In any case, as shown below, although the undoped NiP under layer provides an improvement in  $H_c$  shown in Fig. 8, the media noise of the alloy severely increases for thicker underlayer thickness. In stark contrast to Fig. 8, Fig. 9 shows the  $H_c$  of the same  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_{1.5}\text{Ta}_{1.5}\text{B}_2\text{Pt}_{12}\text{-2\%CoO}$  alloy having an Mrt of 2.5 memu/cm<sup>2</sup>, sputtered at an argon pressure of 20 mTorr, over varying thickness of an NiP-1% $\text{Al}_2\text{O}_3$  nucleation layer, in the presence of 1.2%  $\text{N}_2$  in the sputtering gas. It is seen once again that a higher  $H_c$  is obtained when a doped NiP nucleation layer is used.

Table-I shows the recording results of the  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_{1.5}\text{Ta}_{1.5}\text{B}_2\text{Pt}_{12}\text{-2\%CoO}$  alloy, having an Mrt of 2.5 memu/cm<sup>2</sup>, sputtered at different argon pressures over an undoped NiP underlayer layer, per Japanese Patent Application 5-197944 (Murayama et al.) In each case, the media had an overcoat of 150Å thick hydrogenated carbon. Recording measurements were made on a Guzik-501 tester (manufactured by Guzik Corp., Santa Clara, California) using a thin film

inductive head having  $p1/g/p2$  of  $3.2/0.3/3.2 \mu\text{m}$ , track width of  $6.0 \mu\text{m}$  and having 42 turns. The recording measurement was made at  $0.873''$  radius at a linear velocity of 494 inches-per-second at a recording density of 60 kilo flux changes-per-inch. The nominal flying height was about  $2.4 \mu\text{-inch}$ .

Table-I shows that the  $\text{CoNi}_{70}\text{Ti}_{15}\text{Ta}_{15}\text{B}_2\text{Pt}_{12-2\%}\text{CoO}$  alloy, having an  $M_{\text{r}}$  of  $2.5 \text{ memu/cm}^2$ , sputtered at 15 mTorr over a thicker undoped NiP under layer exhibits extremely high write jitter which results in very poor bit-shift. Table-I also shows that even if the argon pressure during sputtering of these films is increased to 25 to 30 mTorr, and the write jitter and bit-shift improve substantially, the OW gets worse. These results indicate that high argon pressure can result in isolation between magnetic grains to reduce media noise as suggested by Chen et al. in the aforementioned "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin Film Recording Media." However, as explained below, this approach of increasing the argon pressure to reduce write jitter is not desirable since OW is made worse (from a decrease in squareness). We have determined that the undoped NiP under layer does not facilitate the segregation of the insulating segregant between the magnetic grains to reduce media noise. Thus, arbitrary underlayers (such as undoped NiP) do not provide an optimized nucleation layer for subsequent magnetic grain growth. Fig. 8 and Table-I show that although an undoped NiP underlayer as taught by Murayama et al. can provide higher  $H_c$  at lower argon pressure, the write jitter noise increases dramatically at lower pressures.

			TABLE-I					
CoNi7Ti1.5Ta1.5B2Pt12-2%CoO media over undoped NIP underlayer								
Par	NIP layer Thk (Å)	Hc (Oe)	Amplitude (mV)	PW50 (nS)	OW (-dB)	Write Jitter (nm)	Bit Shift (E-09,nS)	
15	350	1946	0.492	42.95	32.7	6.64	6.48	
15	425	1938	0.469	43.50	32.44	6.08	6.04	
25	300	1850	0.408	41.7	32.08	3.77	6.52	
30	300	1877	0.508	41.71	31.7	2.05	6.18	

Table-II shows recording results for the same  $\text{CoNi}_7\text{Ti}_{1.5}\text{Ta}_{1.5}\text{B}_2\text{Pt}_{12-2\%}\text{CoO}$  alloy sputtered at lower argon pressure in the presence of 1.4%  $\text{N}_2$  in the sputtering gas and over a  $\text{NiP-Al}_2\text{O}_3$  nucleation layer of thickness about  $330\text{\AA}$  in which the percent of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  was varied. Recording measurement was carried out on a Guzik-1001 tester having an air bearing spindle (manufactured by Guzik Corp., Santa Clara, California) using a thin film inductive head having  $p1/g/p2$  of  $3.2/0.3/3.2\text{ }\mu\text{m}$ , track width of  $6.0\text{ }\mu\text{m}$  and having 42 turns. The recording measurement was made at  $0.873''$  radius at a linear velocity of 494 inches-per-second and at a recording density of 60 kilo flux changes-per-inch. The nominal flying height was about  $2.4\text{ }\mu\text{-inch}$ .

Table-II shows two sets of media having nearly identical  $H_c$ . On comparing the media sputtered at an argon pressure of 23 mTorr using a  $\text{NiP-1\%Al}_2\text{O}_3$  nucleation layer with media sputtered at an argon pressure of 18 mTorr using a  $\text{NiP-3\%Al}_2\text{O}_3$  nucleation layer, the latter shows better OW and better PW50 while having nearly identical write jitter and slightly better bit-shift. On comparing media sputtered at 18 mTorr using a  $\text{NiP-2\%Al}_2\text{O}_3$  nucleation layer with media sputtered at 15 mTorr using a  $\text{NiP-3\%Al}_2\text{O}_3$ , the latter shows better OW and better PW50 while simultaneously maintaining lower write jitter and lower bit-shift. Comparing these results to those shown in Table-I, use of a nucleation layer with a dopant provides media having very low write jitter noise, even at very low argon pressure. As explained earlier, this is because the selected nucleation layer defines the growth of the subsequent magnetic layer and forms large angle grain boundaries allowing the segregant to uniformly segregate at those grain boundaries. This results in a complete elimination of the intergranular exchange and thereby results in a extremely low write jitter noise.

Co/Ni7Ti1.5Ta1.5B2Pt12-2%CoO sputtered using the preferred Nucleation layer							
		TABLE-II					
Par (mtorr)	Nucl. Layer	Ihc (Oe)	Amplitude (mVp-p)	PW50 (nS)	W Jitter (nm)	OW (-dB)	Bit Shift (E-9, nS)
18	NIP-3%Al2O3	1804	0.472	36.7	2.89	34.02	6.01
23	NIP-1%Al2O3	1920	0.4080	37.3	2.8	34.62	6.08
15	NIP-3%Al2O3	1852	0.474	37.23	3.16	35.40	6.20
18	NIP-2%Al2O3	1811	0.5147	37.52	3.51	35.4	6.37

Figs. 10 and 11 show high resolution TEM micrographs of  $\text{CoCr}_{11}\text{Pt}_{11}-4\%\text{SiO}_2$  media sputtered using NiP and NiP-2% $\text{Al}_2\text{O}_3$  nucleation layers, respectively. The  $\text{CoCr}_{11}\text{Pt}_{11}-4\%\text{SiO}_2$  film on undoped NiP shown in Fig. 10 was sputtered at an argon pressure of 20 mTorr in the presence of a partial pressure of  $\text{H}_2\text{O}$  of  $1.2 \times 10^{-6}$  Torr and 0.6%  $\text{N}_2$  over a 300Å thick NiP under layer. The  $\text{CoCr}_{11}\text{Pt}_{11}-4\%\text{SiO}_2$  film on NiP-2% $\text{Al}_2\text{O}_3$  shown in Fig. 11 was sputtered at an argon pressure of 15 mTorr in the presence of a partial pressure of  $\text{H}_2\text{O}$  of  $1.2 \times 10^{-6}$  Torr and 0.9%  $\text{N}_2$  over a 300Å thick NiP-2% $\text{Al}_2\text{O}_3$  nucleation layer. Although there is a slight difference in the argon pressure and %  $\text{N}_2$  in gas, this is expected to have essentially no effect on the microstructure of the film.

Fig. 10 shows that the grains appear to be isolated in some areas but most grains are connected to neighboring grains which makes the isolation channel between grains very nonuniform and discontinuous. Thus, the grains of this media are at least partly exchange coupled, which causes the  $H_c$  to drop and media jitter noise to increase. This explains why a lower coercivity was obtained by Shimizu et al. (in the aforementioned "CoPtCr Composite Magnetic Thin Films" and European Patent Application 0 531 035 A1 and Japanese Patent Application 5-73880, even at the relatively high 18% platinum content.

In contrast, Fig. 11 shows that the grains are uniformly isolated by an approximately 10Å thick channel, which is sufficient to completely break intergranular exchange interaction and thereby provide a lower write jitter and higher  $H_c$ , as expected from the theoretical works of Zhu et al. described in the aforementioned "Micromagnetic Studies of Thin Metallic Films." Moreover, due

to the uniform isolation channel and uniform grain size, the magnetostatic interaction between the grains is uniform, thereby providing higher squareness. Figs. 10 and 11 clearly demonstrate that a NiP-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nucleation layer facilitates the uniform segregation of the segregant to provide very low write jitter while simultaneously achieving high H<sub>c</sub> and maintaining high squareness.

Figs. 10 and 11 also clearly show that the presence of SiO<sub>2</sub> in the admixed form of the magnetic alloy as per the Japanese Patent Application 5-197944 (Shimizu et al.) is not a sufficient condition to ensure the lowest write jitter noise. In fact, the published work by Shimizu et al. entitled "CoPtCr Composite Magnetic Thin Films" shows TEM micrographs of unmixed CoPt<sub>18</sub>Cr<sub>12</sub> and composite CoPt<sub>18</sub>Cr<sub>12</sub>-SiO<sub>2</sub> films. This reference states that "the grain boundaries are not clear in either film, indicating a very fine structure. Energy-dispersive x-ray analysis (EDX) revealed that Si atoms are uniformly distributed all over the composite films without showing any noticeable segregations at grain boundary."

We believe that the reduction in media noise in Shimizu et al.'s CoCrPt-SiO<sub>2</sub> admixture arises primarily from the reduction in grain size, i.e., a reduction in grain noise. This shows that per the approach taught by Shimizu et al. (i.e., without a nucleation layer) one cannot achieve complete isolation between the magnetic grains. As stated earlier, the intergranular exchange induced noise has to be completely eliminated to obtain the lowest possible noise. As we have found, this can only happen if a proper nucleation layer (such as NiP with dopant) is used to facilitate the segregation of the insulating segregant. Fig. 11 shows that a magnetic alloy including SiO<sub>2</sub> which is formed on a NiP nucleation layer without a dopant, as taught by Japanese Patent Application 5-

197944 (Murayama et al.) is also not a sufficient condition to completely suppress the intergranular exchange coupling and provide the lowest media noise.

We have found that in order to get the lowest media noise and very high squareness, the magnetic recording layer should not only include the insoluble segregant compound formed on a proper nucleation layer, but should be sputtered under the proper sputtering conditions of low argon sputtering pressure and low partial pressure of  $H_2O$ . In the following, we discuss the rationale behind using such process conditions.

Fig. 12 shows high resolution Scanning Electron Micrographs (SEMs) obtained from an Hitachi Scanning Electron Microscope of a  $CoNi_9Pt_{10}$  film which was sputtered at an argon pressure of 30 mTorr over a 50 nm thick undoped sputtered NiP underlayer under different partial pressures of  $H_2O$ . Shown at 12a is an SEM for a media sputtered with a partial pressure of  $H_2O$  of  $2.8 \times 10^{-7}$  Torr, 12b is an SEM for a media sputtered with a partial pressure of  $H_2O$  of  $1.1 \times 10^{-6}$  Torr, and 12c is an SEM for a media sputtered with a partial pressure of  $H_2O$  of  $1.1 \times 10^{-5}$  Torr.

As can be seen at 12a and 12b, the grains of the magnetic films sputtered at lower partial pressures of  $H_2O$  consists mostly of single crystallite grains. However, at 12c there is shown a number of smaller crystallites clustering together to form grains. The sizes and shapes of these clustered grains change from one area to another. On the one hand, for the  $CoNi_9Pt_{10}$  film sputtered in presence of low partial pressure of  $H_2O$  (12a and 12b), the individual grains are almost entirely single crystals of  $CoNi_9Pt_{10}$ . On the other hand, film 12c shows areas that contain a number of single crystallites which seem to be intimately



connected to each other which are therefore likely highly exchange coupled within the clustered grain. During magnetization reversal, the clustered grain of different sizes reverse at different magnetic fields, which results in a broad switching field distribution and thereby lower squareness. Thus, a lower partial pressure of  $H_2O$  during sputtering results in very uniform switching during magnetization reversal to provide sharper switching field distribution and thereby higher  $S^*$ .

Fig. 13 shows a plot of coercivity squareness  $S^*$  as a function of the partial pressure of  $H_2O$  in the sputtering gas for the magnetic alloys  $CoNi_9Pt_{10}$  and  $CoNi_9Pt_{10-2\%CoO}$  formed on a  $300\text{\AA}$  thick nucleation layer of sputtered  $NiP$  (containing 15.5 wt.% P) doped with about 0.5 wt.%  $Al_2O_3$ . The argon pressure during sputtering of both the nucleation layer and the magnetic layers was kept at 50 mTorr. Fig. 13 shows data for two sets of media, one having an Mrt of about  $3.0 \text{ memu/cm}^2$ , as suited for recording applications using an inductive head, and the other of media having a lower Mrt of about  $1.2 \text{ memu/cm}^2$ , as suited for recording applications using magneto-resistive heads. As can be seen, the  $S^*$  for each of the media drops as the partial pressure of  $H_2O$  during sputtering is increased. As mentioned earlier, for future high recording density applications, the preferred media for inductive head applications should have an  $S^*$  of at least 0.85 and the preferred media for MR head applications should have an  $S^*$  of at least 0.8. Therefore, we have found that the partial pressure of  $H_2O$  during sputtering should be kept at least below  $5 \times 10^{-6}$  Torr.

Fig. 14 shows the effects of varying argon sputtering pressure during the deposition of a  $CoNi_7Ti_{1.5}Ta_{1.5}B_2Pt_{12-2\%CoO}$  alloy over a  $300\text{\AA}$  thick nucleation layer of  $NiP$  (15.5 wt.% P) doped with 1%  $Al_2O_3$ . The recording

layer was about 45 nm thick and the partial pressure of H<sub>2</sub>O was about  $2 \times 10^{-6}$  Torr. Shown at 14a is a recording layer sputtered at an argon pressure of 20 mTorr. The grains shown at 14a are mostly single crystallites of uniform size which are very uniformly distributed. Shown at 14b is a recording layer sputtered at an argon pressure of 25 mTorr. Here, smaller crystallites begin to cluster together to form grains. Shown at 14c is a recording layer sputtered at an argon pressure of 30 mTorr. Here, the magnetic film clearly contains a large numbers of clustered grains of different size, i.e., having highly nonuniform grain size and distribution. As mentioned earlier, the magnetic film sputtered at 30 mTorr is expected to have broader switching field distribution and lower squareness. Thus, as the argon pressure during sputtering is increased, the grain structure changes from most uniform grain size and distribution to a highly nonuniform grain size and distribution.

Table-III shows magnetic and recording properties of a CoNi<sub>7</sub>Ti<sub>1.5</sub>Ta<sub>1.5</sub>B<sub>2</sub>Pt<sub>12</sub>-2% CoO alloy which were sputtered under different sputtering pressures of argon over different nucleation layers, with an hydrogenated carbon overcoat of 200Å. The recording properties were measured on a Guzik-501 tester using a thin film inductive head having  $p1/g/p2$  of 3.2/0.3/3.2  $\mu\text{m}$ , a track width of 6.0  $\mu\text{m}$ , and 42 turns. The nominal flying height was about 3.0  $\mu$ -inches at 494 inches-per-second, and at a recording density of 60 kilo flux changes-per-inch. Note that during the measurement a fixed disk was used as a standard "reference" media. The recording results shown in Table-III are either normalized ratios or differences from the values obtained for the reference disk. For example, the OW and bit-shift values are the differences between the measured values and the reference values, and a higher negative value indicates better bit-shift performance while a higher positive

number for OW indicates improvement. Similarly, write jitter is a ratio, and a number smaller than one indicates improvement. Thus, for the reference sample the relative OW value is 0, bit-shift is 0 and write jitter is 1.0.

As can be seen, when the argon pressure was decreased from 30 mTorr to 20 mTorr, the OW and PW50 improved, while the write jitter and bit-shift worsened. Comparing the S\* and SFD, as the argon sputtering pressure drops, the S\* increases and SFD decreases. Thus, although a lower argon pressure is more desirable due to higher squareness, the application of this practice in this case is limited by write jitter and bit-shift. Note that in this case, as compared to Table-II, a nucleation layer is used having only 1% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as a dopant, and the magnetic layer has only 2 mol.% of segregant. As shown in Table-II and below, if a larger amount of dopant is used in the nucleation layer and if a larger amount of segregant is incorporated into the magnetic recording layer, lower argon sputtering pressures (e.g., below 20 mTorr) can be used to achieve high squareness and lower SFD while maintaining very low write jitter noise.

TABLE-III									
CoNi7Ti1.5Ta1.5B2Pt12-2%CoO sputtered using the different Nucleation layers									
Par (m Torr)	Nucl./Under Layer	Hc (Oe)	S'	SFD	PW50 (ratio)	W Jitter (ratio)	OW (-dB, diff.)	Bit Shift (E-9, diff.)	
30	NIP-1%Al2O3	1899	0.888	0.181	0.98	0.742	-0.38	-0.66	
25	NIP-1%Al2O3	1863	0.898	0.124	0.98	0.84	-0.05	-0.76	
20	NIP-1%Al2O3	1857	0.907	0.12	0.98	0.989	0.41	-0.46	
15	NIP	1900			1.01	0.995	1.54	1.05	
Reference media was a CoNiCrPt media having coercivity of 1920 Oe and Mrl of 2.38 memu/cm2; 200Å hydrogenated carbon overcoat; sputtered at argon pressure of 30 mTorr using a NIP nucleation layer									

We have also found that addition of small amount of a contributant gas, such as  $N_2$ , during the sputtering of the magnetic recording layer results in further reduction of write jitter noise and generally an enhancement in squareness. As shown below, we have found that introduction of small amount of  $N_2$  during sputtering of magnetic recording layer in accordance with the present invention helps further improve the write jitter without negatively affecting PW50 or OW. This is believed to be arising from the reduction in the grain noise and further reduction of exchange induced noise. Thus, we believe that a certain amount of the contributant gas is segregated at the magnetic grain boundaries and further insulates the individual grains from one another. We have also found that in the thicker magnetic films, such as those having an Mrt of about  $2.5 \text{ memu/cm}^2$  for inductive head applications, the easy axis (c-axis) of magnetization of the crystals tend to grow out of the plane when the partial pressure of  $H_2O$  is very low, such as below  $1.2 \times 10^{-6}$  Torr. The addition of the contributant gas aids in bringing the easy axis back into the plane of the recording media. This out of plane growth has not been a serious problem, however, for thinner magnetic films such as those having an Mrt of about  $1.0 \text{ memu/cm}^2$  for magneto resistive head applications. In the following we have described the effects of  $N_2$  addition.

Figs. 15-17 show  $H_c$ ,  $S^*$  and SFD, respectively, as a function of varying  $N_2$  concentrations for a  $CoNi_7Ti_{1.5}Ta_{1.5}B_2Pt_{12}-CoO$  alloy having an Mrt of about  $2.5 \text{ memu/cm}^2$  and sputtered in a RF diode sputtering system over a  $300 \text{ \AA}$  thick nucleation layer of  $NiP-2\%Al_2O_3$  with a constant partial pressure of water of  $2.0 \times 10^{-7}$  Torr, and a constant argon pressure of 20 mTorr. As can be seen from Fig. 15, the  $H_c$  of the magnetic recording layer increased up to a  $N_2$

concentration of about 0.5%. Fig. 16 shows that the  $S^*$  of the magnetic medium is also improved by introducing this small amount of  $N_2$  during sputtering. Finally, Fig 17 shows that the SFD of the medium also drops by introducing a small amount of  $N_2$  gas during sputtering, although the effect peaks at approximately 0.2%.

The results of our extensive research on various magnetic alloys have shown that although the nature of the effect of the introduction of a contributant gas such as  $N_2$  during sputtering on the  $H_c$  of the magnetic layer is different for different alloys, the squareness generally always increases with the introduction of small amounts of  $N_2$ , and SFD decreases if the partial pressure of  $H_2O$  is maintained lower than  $5 \times 10^{-6}$  Torr. We currently believe that the squareness increase with  $N_2$  introduction arises due to at least two effects. First, introduction of  $N_2$  gas suppresses the columnar growth of the magnetic grains. Second, introduction of  $N_2$  gas forces the c-axis (the easy magnetization axis of the crystal) of the magnetic crystals to stay in the plane of the media. Both these effects increase the squareness and reduce the switching field distribution.

Figs. 18-20 show plan view high resolution transmission electron microscopy (HR TEM) micrographs, obtained from a Philips EM430ST, of a  $CoNi_7Ti_{1.5}Ta_{1.5}B_2Pt_{1.2}$ -2% CoO alloy sputtered at an argon pressure of 20 mTorr on about a 300Å thick  $NiP$ -2%  $Al_2O_3$  nucleation layer under different partial pressure of water and  $N_2$  conditions. Fig. 18 corresponds to media which was sputtered under a partial pressure of  $H_2O$  of about  $3.5 \times 10^{-7}$  Torr and 0%  $N_2$  gas. Fig. 19 corresponds to a media which was sputtered at a partial pressure of  $H_2O$  of about  $3.5 \times 10^{-7}$  Torr and about 0.6%  $N_2$  gas present in the sputtering gas. Comparing Fig. 18 to Fig. 19, the grains of the

CoNi<sub>7</sub>Ti<sub>1.5</sub>Ta<sub>1.5</sub>B<sub>2</sub>Pt<sub>12</sub>-2%CoO alloy in Fig. 18 are smaller and more completely isolated from one single crystallite grain to another. This demonstrates that the introduction of N<sub>2</sub> results in further enhancing the segregation of the segregant, which more effectively isolates the individual grains and results in a further reduction in media noise. At the same time, the grain size is further reduced, which results in a decrease in grain noise. Therefore, media is provided having a minimum total media noise.

Fig. 20 shows a film which was sputtered at a somewhat higher partial pressure of H<sub>2</sub>O, specifically  $1.2 \times 10^{-6}$  Torr, but in the presence of the relatively much higher N<sub>2</sub> content of 2%. As can be seen, a high concentration of N<sub>2</sub> gas also results in a relatively non-uniform grain size and non-uniform separation between grains across the film. Consequently, the magnetostatic interaction between magnetic grains will be non-uniform across the film, resulting in lower S\* and higher SFD, as shown in Figs. 16 and 17.

Clearly, there is a lower range of N<sub>2</sub> concentration which is desirable (1) to maintain the c-axis of the magnetic crystals in plane, (2) to facilitate a single crystallite grain growth, and (3) to very likely enhance the grain isolation effect by facilitating the segregation of the insoluble stable compound (CoO, in this case). However, there is a limit above which the microstructure of the grains become too non-uniform and hence decrease squareness. Therefore, selection of right amount of N<sub>2</sub> for introduction during the deposition of the magnetic layer is very critical. It should be noted that although the Japanese Patent Application by Murayama et al. discusses use of N<sub>2</sub>, the cited range of 0.1 to 10% is to control the H<sub>c</sub> of the magnetic layer per the teachings of U.S. Patent no. 4,749,459 (Yamashita et al.), and not for morphological control as taught by the

present invention. As shown in Fig. 20, sputtering in the presence of high amounts of  $N_2$  result in nonuniform grain growth and ultimately in poor squareness. Therefore, we believe there are other preferred ways of controlling the  $H_c$  than as taught by Murayama et al., such as increasing the Pt content of the alloy.

Figs. 19 and 20 also show that high amounts of  $N_2$  can itself be used as a segregant, but once again too high an amount of  $N_2$  will result in poor squareness, broader SFD, and consequently poor PW50 and poor OW. Hence, a combination of stable insoluble segregant and smaller amounts of  $N_2$  can be extremely effective in completely suppressing the intergranular exchange coupling and simultaneously maintaining very high squareness. This was clearly not recognized in the art, since Murayama et al. for example teaches the broad range of 0.1-10 vol.%  $N_2$ , so broad as to suggest that they failed to realize the role of  $N_2$ , as taught by the present invention.

Table-IV shows the process conditions, magnetic properties, and recording properties of a  $CoNi_7Ti_1Ta_3Pt_{12}$  magnetic alloy having 4 mol.% of  $SiO_2$  segregant sputtered as per teachings of this invention to illustrate a preferred mode of operation. For comparison, we have also included a  $CoNi_7Cr_4Pt_{12}$  media sputtered at high argon pressure over a NiP nucleation layer without any dopant, and a  $CoNi_7Ti_{1.5}Ta_{1.5}B_2Pt_{12}$  alloy having 2 mol.% of CoO segregant sputtered at higher argon pressure. Each disk had a 200Å thick hydrogenated carbon overcoat. The recording measurement was carried out on a Guzik-1001 tester having an air-bearing (manufactured by Guzik Corp., Santa Clara, California) using a thin film inductive head of p1/g/p2 of 3.2/0.3/3.2  $\mu m$ , track width of 6.0  $\mu m$  and 42 turns. The recording measurements were made at 0.873



inch radius at a linear velocity of 493.67 inches-per-second, at a recording density of 51.45 kilo-flux changes-per-inch, and at a nominal flying height of about 2.5  $\mu$ -inches.

The recording results shown in Table-IV are normalized with respect to a reference disk which was one of the best performing commercially available CoCrTa oriented media. For example, the OW and bit-shift values are the difference with the reference media and a higher negative value indicates better bit-shift performance while a higher positive number for OW indicates improvement, and write jitter is a ratio and a number smaller than one indicates improvement. Thus for the reference sample the relative OW value is 0, bit-shift is 0 and write jitter is 1.0.

Table-IV shows recording results of sample "F" which has a magnetic alloy of CoNi<sub>7</sub>Cr<sub>4</sub>Pt<sub>12</sub> (without any segregant) which was sputtered at a high argon pressure of 30 mTorr. As can be seen, this media exhibits worse PW50, worse OW and substantially worse write jitter than the reference sample. Sample "A" consists of a magnetic alloy which appears to contain sufficient segregant but which is sputtered at a higher argon pressure of 25 mTorr onto an undoped NiP underlayer. This media exhibits lower write jitter noise than the CoNi<sub>7</sub>Cr<sub>4</sub>Pt<sub>12</sub> media, in spite of slightly lower argon pressure, due to the presence of the segregant. However, the OW for this media is much worse for the reasons explained earlier. In comparison, sample "G" has lower content of segregant in the magnetic film, specifically 2%, and a smaller amount of dopant in the nucleation layer, specifically 1%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and was sputtered at higher argon pressure, specifically 23 mTorr. The write jitter is better than that of sample

"F", but not as good as that of sample "A". The OW is also better than that of samples "F" and "A" which is attributable to the oxide deposited nucleation layer.

Sample "B" shows that the recording performance can be even further improved by increasing the amount of dopant in the nucleation layer, specifically up from 1% to 2%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , and lowering the argon pressure. Samples "B", "C", and "D" show that the recording performance can be yet further improved by the addition of  $\text{N}_2$  in the sputtering gas. Sample "E" shows that the OW of the media can be even further improved without significantly sacrificing the write jitter noise by lowering the argon pressure to 12 mTorr and slightly increasing the nucleation layer thickness to 180Å.

ID	Magnetic Alloy	Nucleus Under Layer	N/U. Thk (Å)	TABLE-IV		H <sub>lc</sub> (Oe)	PW50 (ratio)	OW (diff., dB)	W Jitter (ratio)	Bli-shift (diff., dB)
				Per (in Tert)	N <sub>2</sub> Gas (%)					
A	CoNiPtTi-4%SiO <sub>2</sub>	NIP-0%Dopant	300	25	1.6	1895	0.98	-1.46	0.608	-0.6
B	CoNiPtTi-4%SiO <sub>2</sub>	NIP-2%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	170	15	0	1906	0.98	-0.62	0.804	-0.45
C	CoNiPtTi-4%SiO <sub>2</sub>	NIP-2%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	170	15	0.34	1975	0.97	-0.56	0.925	-0.57
D	CoNiPtTi-4%SiO <sub>2</sub>	NIP-2%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	150	15	0.69	1947	0.97	-0.28	0.835	-0.51
E	CoNiPtTi-4%SiO <sub>2</sub>	NIP-2%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	180	12	0.60	1932	0.97	0.29	0.871	-0.38
F	CoNiCrPi <sub>12</sub>	NIP-0%Dopant	300	30	0.69	1920	1.01	-0.58	1.169	0.2
G	CoNiTi-8Pt-2%CoO	NIP-1%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	300	23	0.60	1920	0.97	-0.3	0.914	-0.31

\*\*Reference Sample was a commercially available CoCrTa Oriented Media having H<sub>c</sub>=1920 Oe and M<sub>rl</sub>=2.5 memu/cm<sup>2</sup>

\*\* PW50 and Write Jitter are ratio wrt the reference, and OW and bli-shift is difference wrt the reference

Figs. 21 and 22 show plots of recording results from Table-IV. Fig. 21 shows a plot of OW vs. write jitter for the various disks shown in Table-IV. The left hand corner of the graph as indicated by the tip of the marked arrow 100, is the direction of improvement. As shown, samples "D" and "E" which were sputtered per the teachings of the present invention indicate a clear improvement in OW and write jitter over samples "A" and "G" which follow the prior art. Likewise, Fig. 22 shows a plot of OW vs. bit-shift for these samples. Again, the tip of the arrow marked 102 indicates the direction of improvement. Once again samples "D" and "E" show clear improvement in OW and bit-shift performance over samples "A" and "G".

Fig. 23 shows  $H_c$  as a function of %  $N_2$  in the sputtering gas during the sputtering of  $CoCr_{11}Pt_{11}-4\%SiO_2$  media which was sputtered at an argon pressure of 15 mTorr over a 300Å thick  $NiP-2\%TiO_2$  nucleation layer. The Mrt of this media was maintained at around 1.0  $memu/cm^2$  as suited for magneto-resistive head applications. As can be seen, an extremely high  $H_c$  of over 2600 Oe was obtained with 11 atomic percent of platinum in the magnetic alloy. Once again, this is much higher than the  $H_c$  observed by Shimizu et al., in their EP and Japanese patent applications, which is only 2000 Oe for 17 at.% of Pt for identical magnetic layer thickness which is estimated to be about 200Å. Unlike the other magnetic alloy shown in Fig. 5 which have an Mrt of about 2.5  $memu/cm^2$ , the  $H_c$  of the  $CoCr_{11}Pt_{11}-4\%SiO_2$  media shows monotonic decrease with an increasing percentage of  $N_2$  in the gas. We have found though that the proper amount of  $N_2$  addition in the gas results in very low media noise while maintaining high squareness.

Table-V shows recording performance of a  $\text{CoCr}_{11}\text{Pt}_{11}-4\text{mol}\%\text{SiO}_2$  alloy which was sputtered at 15 mTorr under different amounts of  $\text{N}_2$  in the sputtering gas during the deposition of the magnetic recording layer using different nucleation layers. These media were tested using a dual-stripe magneto-resistive head having a track width of  $3.5\ \mu\text{m}$  and a bias current of 11 milli-amps. It can be seen that when the percent  $\text{N}_2$  present during sputtering of the  $\text{CoCr}_{11}\text{Pt}_{11}-4\%\text{SiO}_2$  magnetic layer is increased from 0 to 0.9%, the write jitter decreases from 0.318 nS to 0.256 nS, and the OW improves from 35.63 to 44.94. As shown in Fig. 23, the  $H_c$  of this media drops monotonically as the percentage of  $\text{N}_2$  increases, and therefore the improvement in OW with increasing percentage of  $\text{N}_2$  is at least partly due to a drop in  $H_c$ . It is interesting to note that while  $H_c$  is dropping, the PW50 does not seem to materially change, which seems to indicate that the squareness of these media is very likely increasing with an increasing percentage of  $\text{N}_2$  in gas. The  $\text{CoNi}_5\text{Ti}_{1.5}\text{Ta}_{1.5}\text{B}_2\text{Pt}_{14}$  alloy which was sputtered under high argon sputtering pressure of  $25\ \mu\text{m}$ , and in the presence of higher percentages of  $\text{N}_2$  in the sputtering gas, exhibited relatively poor overwrite although the write jitter is quite good.

			TABLE-V						
CoCrPt-4%SiO <sub>2</sub> media sputtered over different Nucleation layer									
Magnetic Film	Par (mTorr)	Nucl. layer	N <sub>2</sub> - Gas (%)	Amplitude (mVp-p)	PW50 (nS)	W Jitter (nm)	OW (-dB)		
CoCr11Pt11-4%SiO <sub>2</sub>	15	NIP-2%TiO <sub>2</sub>	0	0.7907	49.55	3.00	35.63		
CoCr11Pt11-4%SiO <sub>2</sub>	15	NIP-2%TiO <sub>2</sub>	0.2	0.706	49.64	3.00	30.10		
CoCr11Pt11-4%SiO <sub>2</sub>	15	NIP-2%TiO <sub>2</sub>	0.8	0.7703	49.60	3.20	42.04		
CoCr11Pt11-4%SiO <sub>2</sub>	15	NIP-2%TiO <sub>2</sub>	0.0	0.7753	49.01	3.2	44.04		
CoNTTaPt14	25	NIP-1%A <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.4	0.7072	49.01	3.45	30.21		

While the invention has been described above with respect to the specific embodiments, those skilled in the art will appreciate that modifications may be made without departing from the spirit and scope of the invention. For example, the present invention has been described in terms of a media having a single magnetic recording layer. However, in certain applications of the present invention multiple magnetic recording layers may be employed. Therefore, the above specific descriptions are presented as examples of embodiments of the present invention, and are not to be read as limiting the scope of the present invention.

#### 4. Brief Description of Drawings

The present invention will be described in greater detail below, including specific examples thereof, with regard to the figures, in which:

Fig. 1 is a cross section of a rigid thin-film magnetic disk constructed in accordance with the present invention.

Fig. 2 is a schematic illustration of a sputtering apparatus of the type employed by the present invention.

Fig. 3 shows a schematic illustration of the microstructure of a magnetic medium, in plan view, having minimal media noise and extremely high squareness according to the present invention.

Fig. 4 shows in cross-section the microstructure of the magnetic medium of Fig. 3.

Fig. 5 shows the effect of  $N_2$  gas addition on the Hc of  $CoNi_7Pt_{12}Ti_1Ta_3Pt_{12}-4\%SiO_2$  media sputtered over nucleation layers having different amounts and types of dopants.

Fig. 6 shows the effect of underlayer thickness of an NiP under layer on the Hc of  $CoNi_7Pt_{12}Ti_1Ta_3Pt_{12}-4\%SiO_2$  media.

Fig. 7 shows the effect of nucleation layer thickness of an NiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nucleation layer on the Hc of  $CoNi_7Pt_{12}Ti_1Ta_3Pt_{12}-4\%SiO_2$  media.

Fig. 8 shows the effect of argon sputtering pressure on the Hc of  $CoNi_7Pt_{12}Ti_1Ta_3Pt_{12}-4\%SiO_2$  media sputtered over an NiP under layer of different thickness.



Fig. 9 shows the effect of NiP-1%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nucleation layer thickness on the H<sub>c</sub> of CoNi<sub>7</sub>Ti<sub>1.5</sub>Ta<sub>1.5</sub>B<sub>2</sub>Pt<sub>12</sub>-2%CoO media.

Fig. 10 shows the high resolution Transmission Electron Microscopy (TEM) micrographs of CoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub> media sputtered over a NiP under layer.

Fig. 11 shows high resolution Transmission Electron Microscopy (TEM) micrographs of CoCr<sub>11</sub>Pt<sub>11</sub>-4%SiO<sub>2</sub> media sputtered over a NiP-2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nucleation layer.

Fig. 12 shows high resolution SEM micrographs of CoNi<sub>9</sub>Pt<sub>10</sub> media sputtered over an NiP-0.5%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nucleation layer at different partial pressures of H<sub>2</sub>O during deposition.

Fig. 13 shows S\* of CoNi<sub>9</sub>Pt<sub>10</sub> and CoNi<sub>9</sub>Pt<sub>10</sub>-CoO media of different M<sub>100</sub> sputtered at different partial pressures of H<sub>2</sub>O during deposition.

Fig. 14 shows high resolution SEM micrographs of CoNi<sub>7</sub>Ti<sub>1.5</sub>Ta<sub>1.5</sub>B<sub>2</sub>Pt<sub>12</sub>-2%CoO media sputtered under different argon pressure conditions.

Figs. 15-17 show the effects of varying the percent nitrogen addition during sputtering on the magnetic properties H<sub>c</sub>, S\*, and SFD, respectively, of CoNi<sub>7</sub>Ti<sub>1.5</sub>Ta<sub>1.5</sub>B<sub>2</sub>Pt<sub>12</sub>-2%CoO media.

Figs. 18-20 show high resolution TEM micrographs of CoNi<sub>7</sub>Ti<sub>1.5</sub>Ta<sub>1.5</sub>B<sub>2</sub>Pt<sub>12</sub>-2%CoO media sputtered under different percent nitrogen addition in the sputtering gas.

Fig. 21 shows overwrite versus write jitter normalized against a reference standard for various media including media in accordance with the present invention.

Fig. 22 shows overwrite versus bit shift normalized against a reference standard for various media including media in accordance with the present invention.

Fig. 23 shows effect of N<sub>2</sub> addition during sputtering on the H<sub>c</sub> of CoCr<sub>11</sub>Pt<sub>1</sub>-4%SiO<sub>2</sub> media having a NiP-TiO<sub>2</sub> nucleation layer.

As between each of these figures, like reference numerals shall denote like elements.

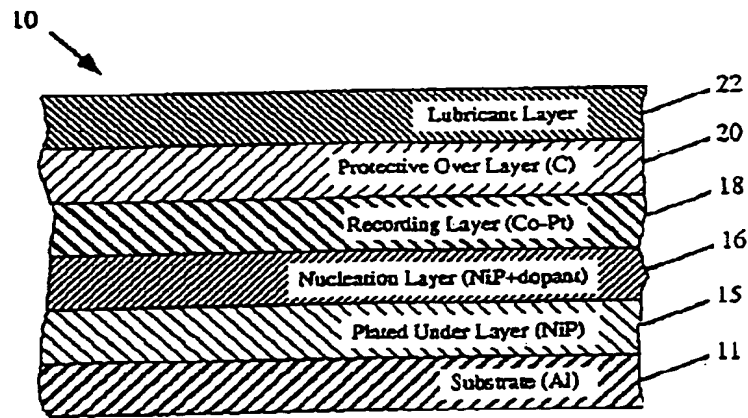


Fig. 1

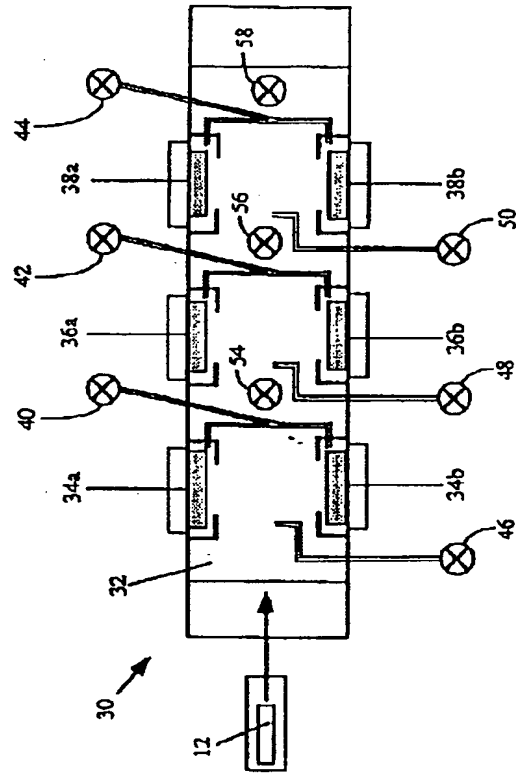


Fig. 2

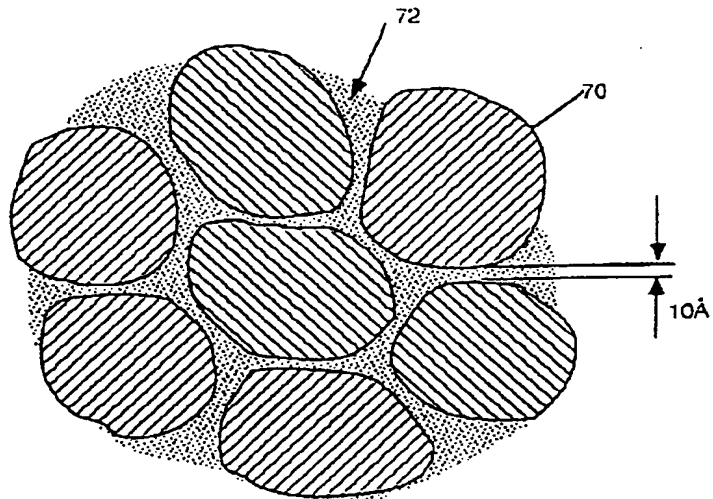


Fig. 3

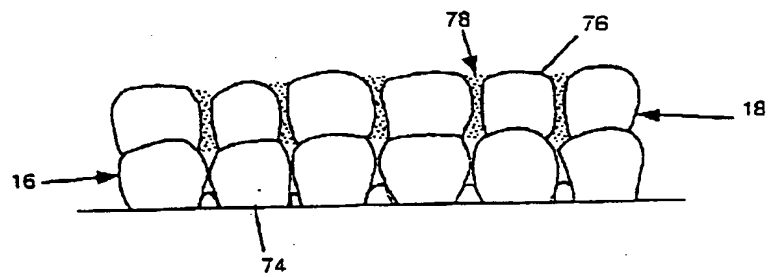


Fig. 4

4

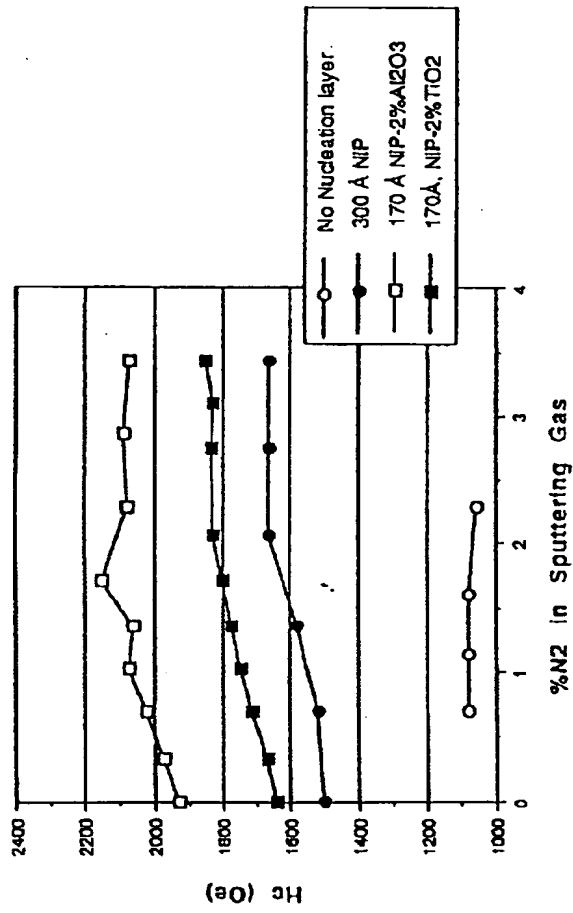


Fig. 5

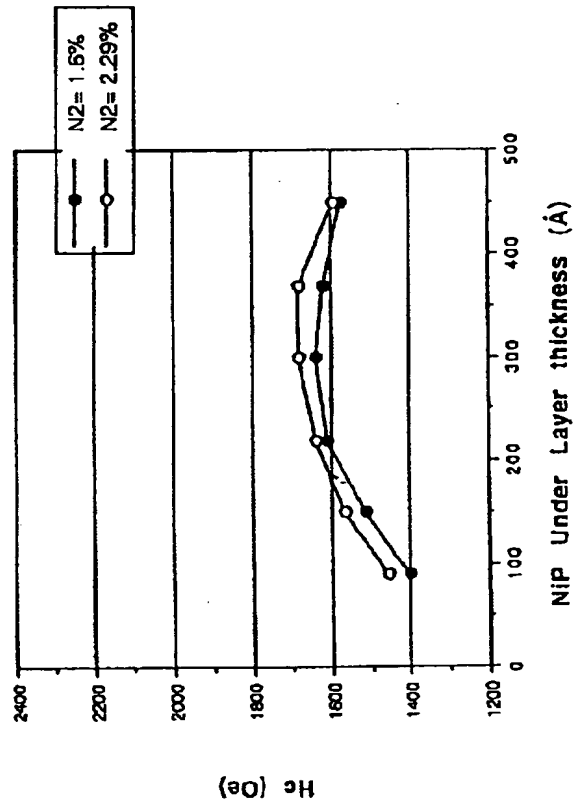


Fig. 6

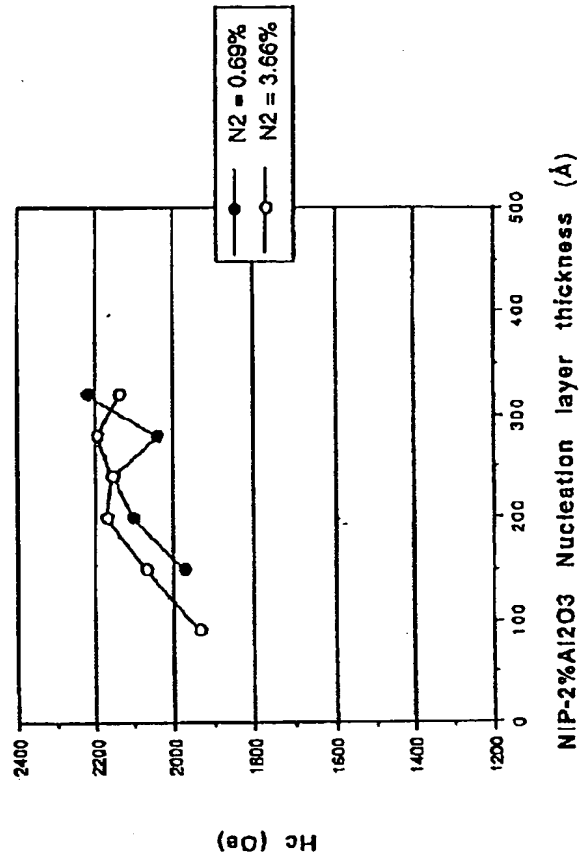


Fig. 7



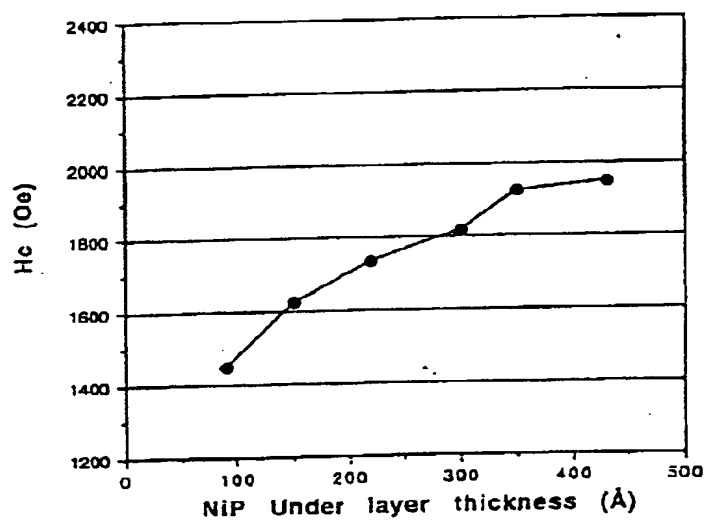


Fig. 8

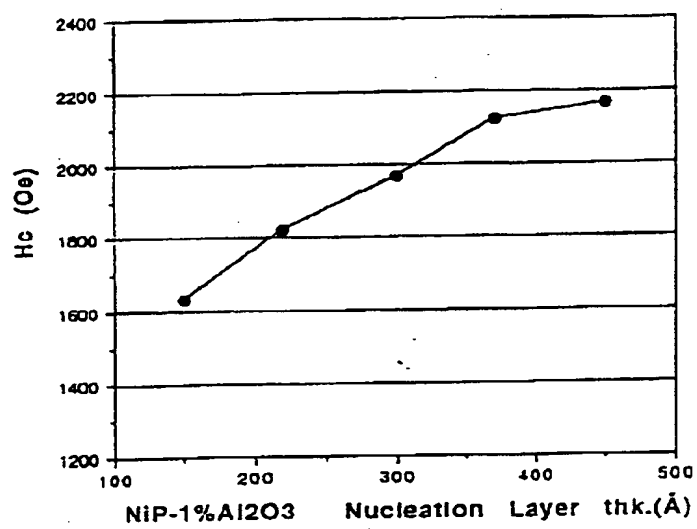


Fig. 9

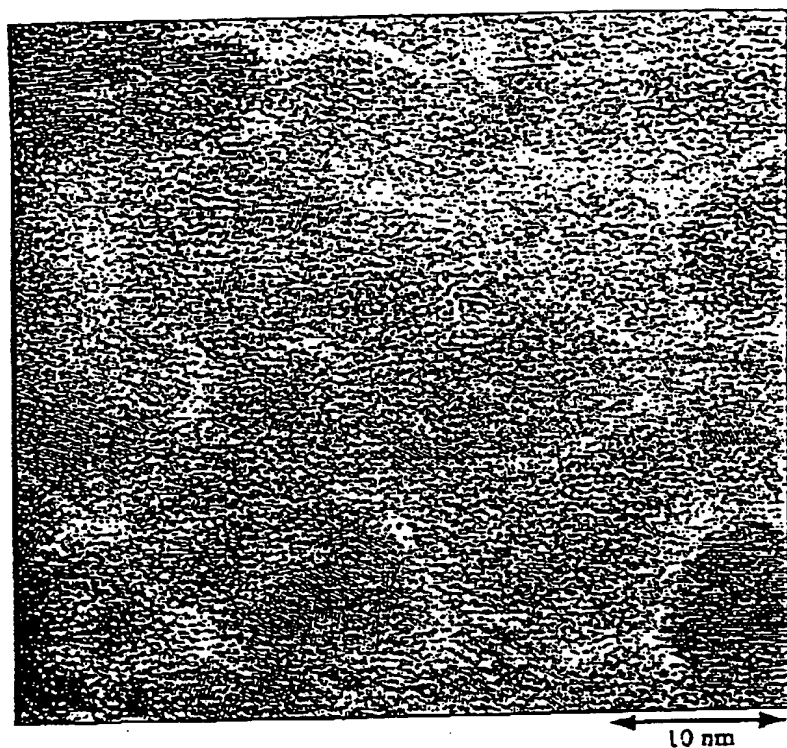


Fig. 10

10

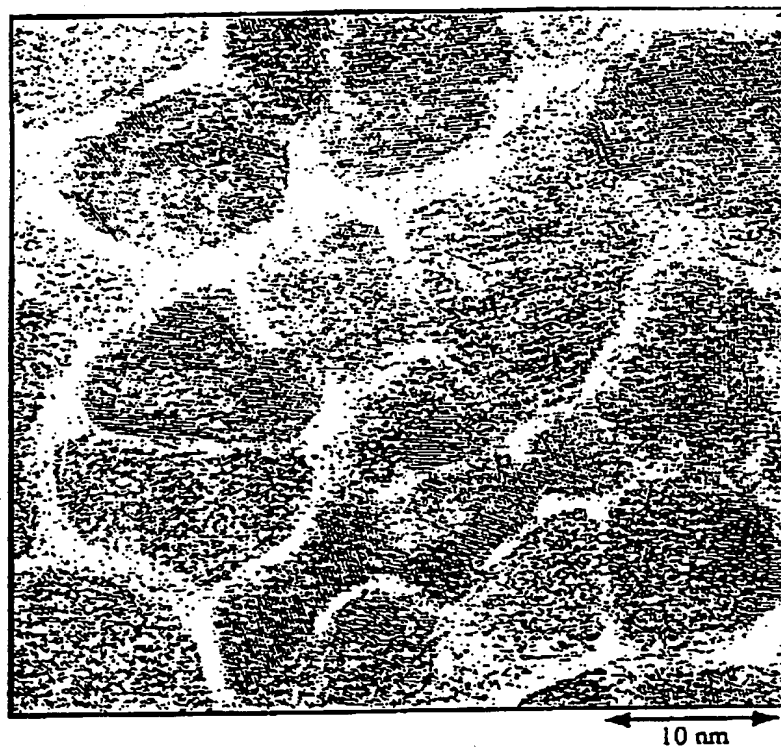


Fig. 11

→

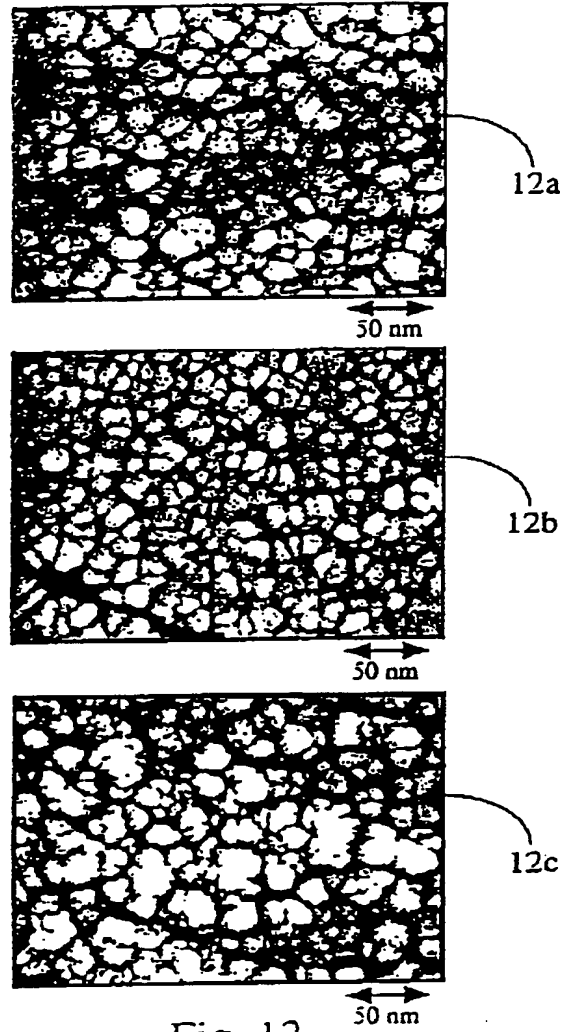


Fig. 12

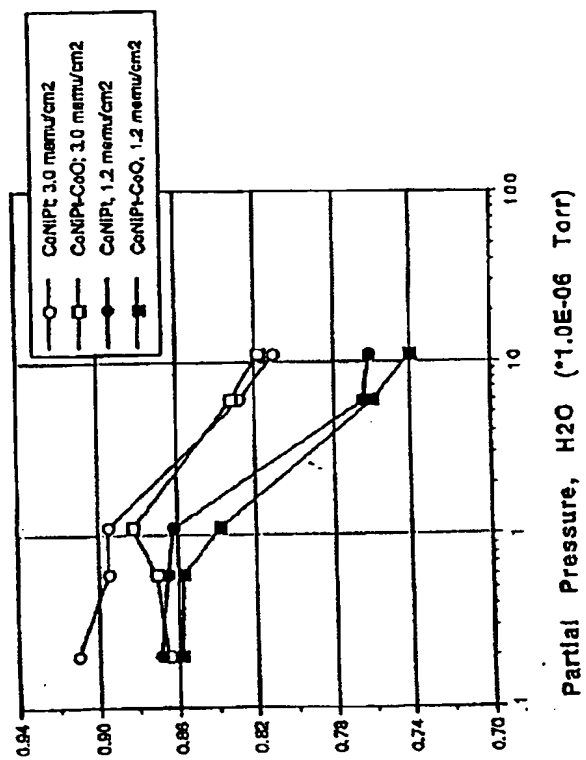


Fig. 13

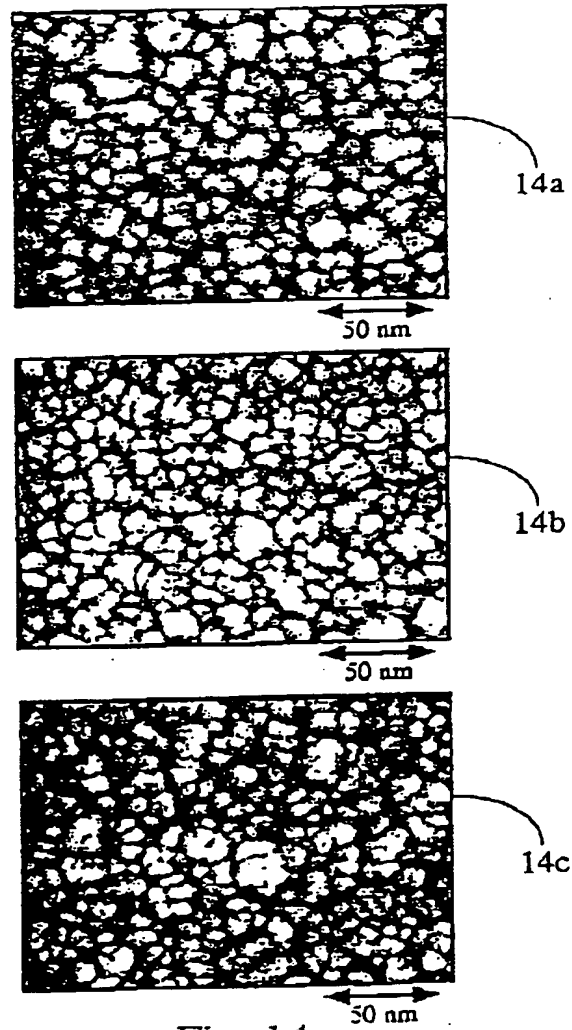


Fig. 14

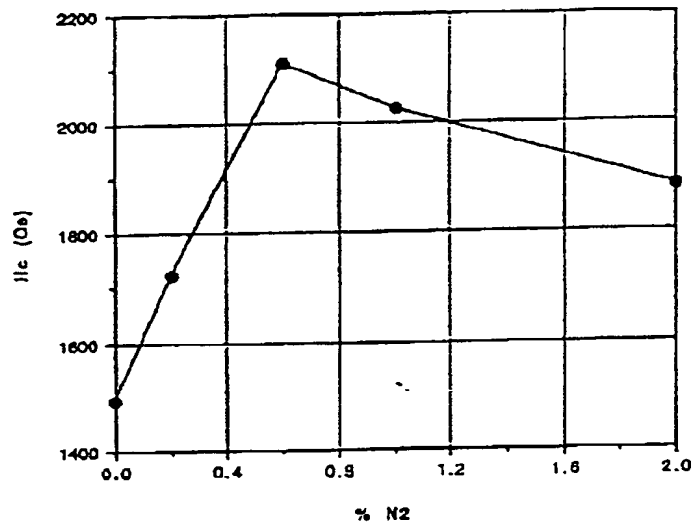


Fig. 15



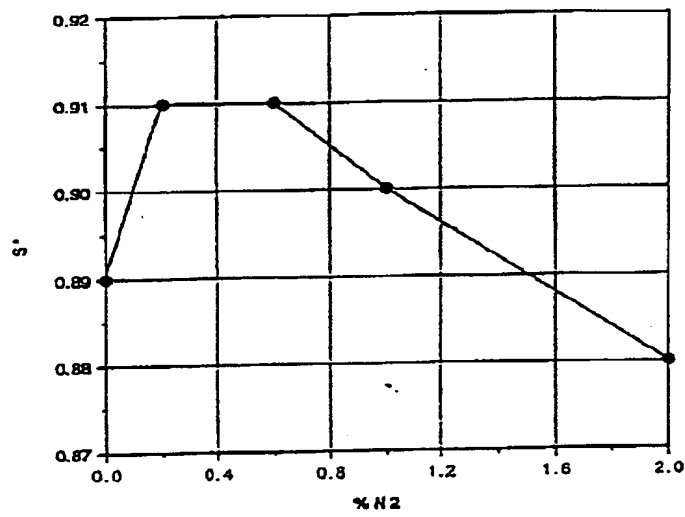


Fig. 16

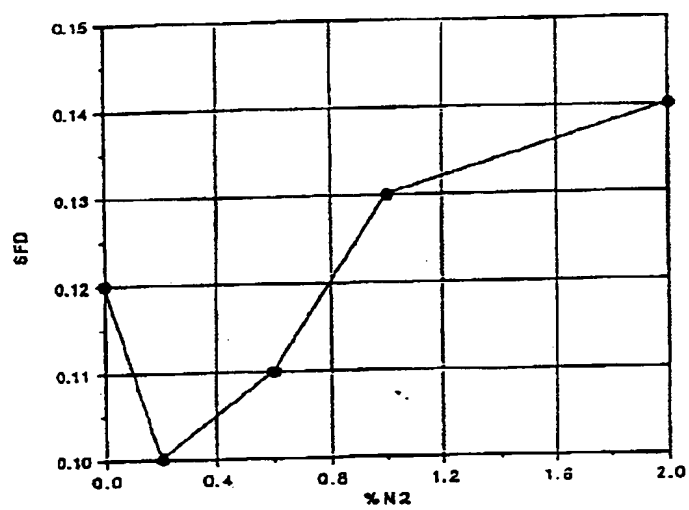


Fig. 17



Fig. 18

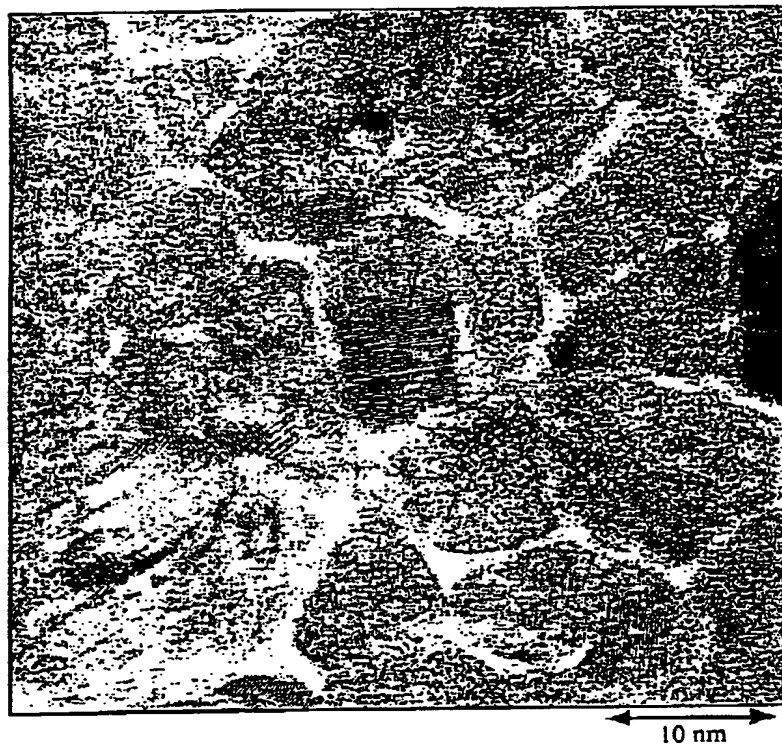


Fig. 19

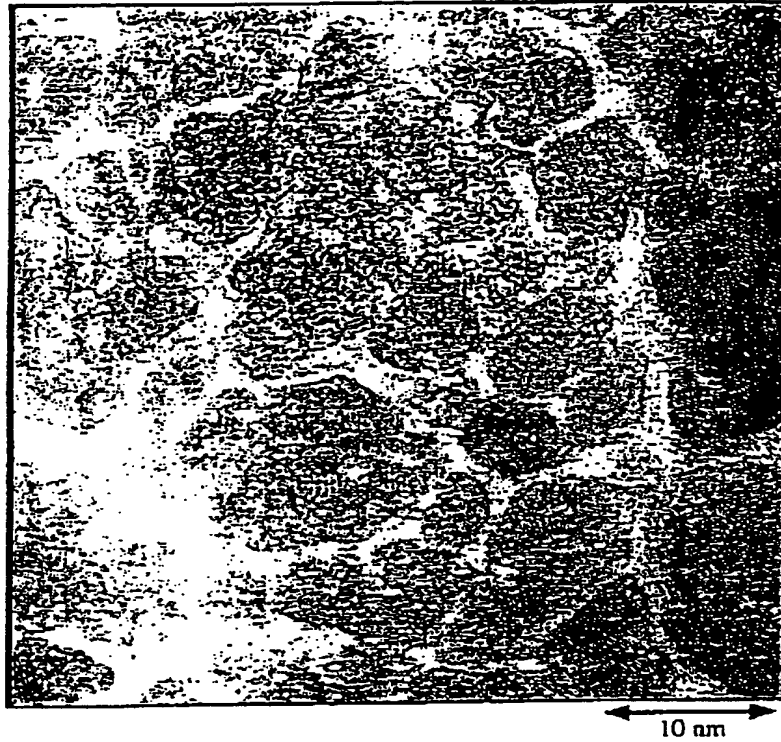


Fig. 20

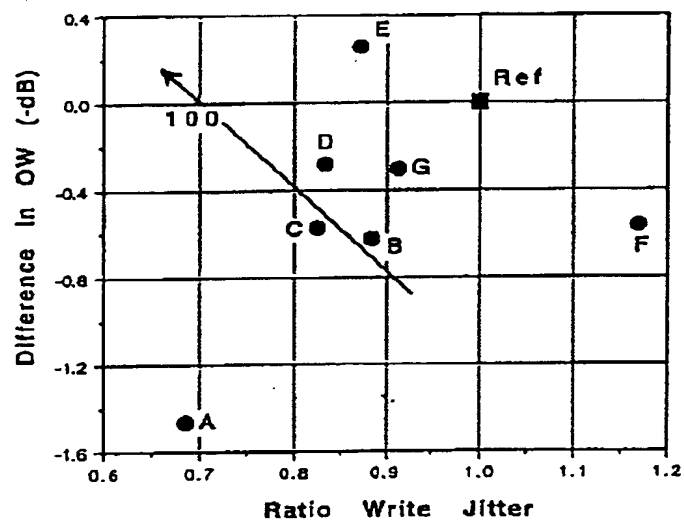


Fig. 21

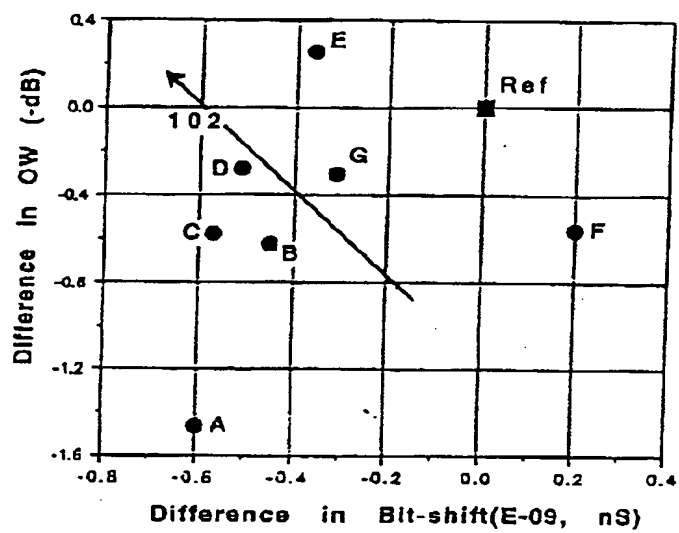


Fig. 22

22

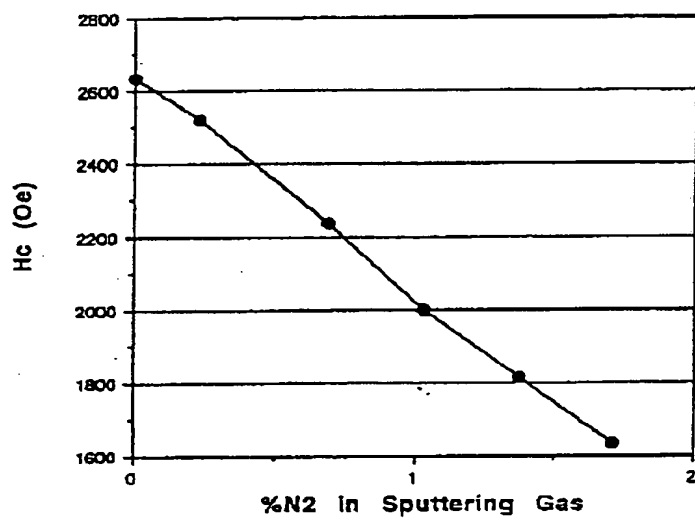


Fig. 23



## 1. Abstract

Media according to the present invention is comprised of individual magnetic grains as small as 300 Å or smaller in diameter, which are uniformly spaced apart by a distance between 5 and 50 Å by a solid segregant. This media will typically exhibit coercivity and remanent coercivity squareness of at least 0.8 each, a switching field distribution of less than 0.2, and a coercivity of at least 1500 Oe (with a minimum required Pt content), while simultaneously providing the lowest media jitter noise for optimum magnetic performance. The media is deposited at a low partial pressure of water and in the presence of an optimum amount of contributant gas on a doped nucleation layer for grain growth control.

## 2. Representative Drawing

Fig. 1